FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

138. BAND

SECHSTES (SCHLUSS-) HEFT

MIT 17 ABBILDUNGEN IM TEXT

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1953

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie.

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm, Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*.

Bis Band 58 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 68.—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlags nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32.— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 40535

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 24
Fernsprecher 2440

Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

Vertriebsvertretung im Ausland:

Lange, Maxwell & Springer Ltd., 242 Marylebone Road, London N. W. 1

Band 138

Inhaltsverzeichnis.

(Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen.

Seite

Ender, G., Beitrag zur analytischen Bestimmung von Trimetaphosphat neben anderen Phosphaten 401

Asmus, E., und **H. Garschagen**, Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Chlor im Wasser. Mit 4 Textabbildungen 404

Asmus, E., und **H. Garschagen**, Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Cyanid und Rhodanid. Mit 5 Textabbildungen 414

Wegner, E., Beitrag zur Methodik der papierchromatographischen Identifizierung des Rutins und seines Nachweises in Tabakauszügen. Mit 3 Textabbildungen 423

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Warenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem anorganischen Forschungslaboratorium der Chemischen Werke Albert, Wiesbaden-Biebrich/Rh.

Beitrag zur analytischen Bestimmung von Trimetaphosphat neben anderen Phosphaten.

Über die Trennung mit Bariumperchlorat und Anwendung der polarometrischen P_2O_5-Bestimmungsmethode.

Von

G. Ender.

(Eingegangen am 18. März 1953.)

Bei der Bestimmung von Trimetaphosphat neben anderen Phosphaten wird in den meisten Fällen von der Leichtlöslichkeit des Bariumtrimetaphosphats Gebrauch gemacht. Nach Jones[1] werden alle übrigen Phosphate durch Bariumchlorid in phenolphthaleinalkalischer Lösung als Bariumsalze abgeschieden, worauf im Filtrat Trimetaphosphat nach Hydrolyse zu Orthophosphat unter Anwendung der üblichen gravimetrischen Methoden bestimmt werden kann.

W. Dewald und H. Schmidt[2] haben die Methode von Jones an verschiedenen Phosphatgemischen einer eingehenden Prüfung unterzogen und dabei festgestellt, daß die Methode nach der angegebenen Arbeitsvorschrift richtige Trimetaphosphatwerte gibt, wenn außerdem nur Hexametaphosphat, Polyphosphate und geringe Mengen Pyrophosphat vorhanden sind, daß dagegen in Gegenwart von viel Pyrophosphat zu niedrige, aber größenordnungsmäßig richtige und in Gegenwart von Orthophosphat falsche Werte erhalten werden.

Die gravimetrische Bestimmung des zu Orthophosphat hydrolysierten Trimetaphosphats erfordert ein mehrmaliges Abrauchen mit Salpetersäure vor der Fällung mit Ammoniummolybdat und wird dadurch sehr zeitraubend. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sollte nun untersucht werden, ob die sehr elegante und schnell durchführbare, polarometrische P_2O_5-Bestimmungsmethode nach Neuberger[3] an Stelle der gravimetrischen Methode angewandt werden kann. Wie Harms und Jander[4] nachgewiesen haben, stören Chloride und Nitrate in größeren Mengen die Titration der Phosphorsäure mit Bismutylperchlorat, weshalb zur Abtrennung der verschiedenen Phosphate von Trimetaphosphat an Stelle von Bariumchlorid ein anderes Bariumsalz herangezogen werden mußte. Da die polarometrische P_2O_5-Titration in perchlorsaurer Lösung durchgeführt werden muß, war eine Verwendung von Bariumperchlorat naheliegend.

Die Brauchbarkeit von Bariumperchlorat zur Trennung der verschiedenen Phosphate von Trimetaphosphat wurde an einer Reihe von Phosphatmischungen untersucht. Es wurde dabei nach der S. 403 angegebenen Analysenvorschrift gearbeitet unter Verwendung von jeweils 1,0 bzw. 0,5 g des Phosphatgemisches (berechnet auf wasserfreie Substanz).

Mischungen $Na_5P_3O_{10}/(NaPO_3)_3$.

Tripolyphosphat und Trimetaphosphat wurden in Form der Hexahydrate* angewandt. Die Ergebnisse sind in Tab. 1 zusammengestellt.

Tabelle 1. *Bestimmung von Trimetaphosphat neben Tripolyphosphat.*

Vorgegeben mg wasserfreie Substanz	% $(NaPO_3)_3$	Gefunden mg $(NaPO_3)_3$	Gefunden % $(NaPO_3)_3$
1000 mg $Na_5P_3O_{10}$	0,00	0,00	$0,0_0$
0,0 „ $(NaPO_3)_3$			
995 „ $Na_5P_3O_{10}$	0,50	4,7	$0,4_7$
5,0 „ $(NaPO_3)_3$		4,4	$0,4_4$
980 „ $Na_5P_3O_{10}$	2,00	19,4	$1,9_4$
20,0 „ $(NaPO_3)_3$		19,3	$1,9_3$
950 „ $Na_5P_3O_{10}$	5,00	47,5	$4,7_5$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		47,9	$4,7_9$
450 „ $Na_5P_3O_{10}$	10,00	49,0	$9,8_0$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		49,7	$9,9_4$
400 „ $Na_5P_3O_{10}$	20,00	98,6	$19,7_2$
100,0 „ $(NaPO_3)_3$		99,2	$19,8_4$
250 „ $Na_5P_3O_{10}$	50,00	249,9	$49,9_8$
250,0 „ $(NaPO_3)_3$		248,8	$49,7_6$
100 „ $Na_5P_3O_{10}$	80,00	398,2	$79,6_4$
400,0 „ $(NaPO_3)_3$		396,7	$79,3_4$

Mischungen $Na_4P_2O_7$**$/(NaPO_3)_3$.

Die Ergebnisse sind in Tab. 2 zusammengefaßt.

Mischungen $KH_2PO_4/(NaPO_3)_3$.

Die Ergebnisse sind in Tab. 3 enthalten.

Wie aus den Tab. 1—3 hervorgeht, ist Bariumperchlorat für die Abtrennung der übrigen Phosphate von Trimetaphosphat durchaus geeignet. Übereinstimmend mit den Ergebnissen von W. Dewald und H. Schmidt wurden bei der Bestimmung von Trimetaphosphat neben Tripolyphosphat — was in erster Linie von technischer Bedeutung ist — richtige, bei der Bestimmung von Trimetaphosphat neben Pyrophosphat zu niedrige, aber größenordnungsmäßig richtige Werte erhalten. Ebenfalls zu niedrige, jedoch größenordnungsmäßig noch richtige Werte wurden bei der Bestimmung von Trimetaphosphat neben Orthophosphat

* Diese Substanzen standen mir in unserem Forschungslaboratorium von Herrn Dr. Dewald zur Verfügung. Darstellung siehe W. Dewald und H. Schmidt[2].

** Aus Dekahydrat (p. a. Merck) durch Entwässern erhalten.

Tabelle 2. *Bestimmung von Trimetaphosphat neben Pyrophosphat.*

Vorgegeben mg wasserfreie Substanz	% $(NaPO_3)_3$	Gefunden mg $(NaPO_3)_3$	Gefunden % $(NaPO_3)_3$
1000 mg $Na_4P_2O_7$	0,00	0,00	$0,0_0$
0,0 „ $(NaPO_3)_3$			
995 „ $Na_4P_2O_7$	0,50	3,2	$0,3_2$
5,0 „ $(NaPO_3)_3$		2,9	$0,2_9$
980 „ $Na_4P_2O_7$	2,00	13,9	$1,3_9$
20,0 „ $(NaPO_3)_3$		14,2	$1,4_2$
950 „ $Na_4P_2O_7$	5,00	36,8	$3,6_8$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		37,2	$3,7_2$
450 „ $Na_4P_2O_7$	10,00	38,9	$7,7_8$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		38,0	$7,6_0$
400 „ $Na_4P_2O_7$	20,00	83,1	$16,6_2$
100,0 „ $(NaPO_3)_3$		83,3	$16,6_6$
250 „ $Na_4P_2O_7$	50,00	237,4	$47,4_9$
250,0 „ $(NaPO_3)_3$		241,1	$48,2_2$
100 „ $Na_4P_2O_7$	80,00	392,8	$78,5_6$
400,0 „ $(NaPO_3)_3$		394,1	$78,8_2$

Tabelle 3. *Bestimmung von Trimetaphosphat neben Orthophosphat.*

Vorgegeben mg wasserfreie Substanz	% $(NaPO_3)_3$	Gefunden mg $(NaPO_3)_3$	Gefunden % $(NaPO_3)_3$
1000 mg KH_2PO_4	0,00	0,00	$0,0_0$
0,0 „ $(NaPO_3)_3$			
995 „ KH_2PO_4	0,50	2,48	$0,2_5$
5,0 „ $(NaPO_3)_3$		2,61	$0,2_6$
980 „ KH_2PO_4	2,00	10,2	$1,0_2$
20,0 „ $(NaPO_3)_3$		11,1	$1,1_1$
950 „ KH_2PO_4	5,00	37,3	$3,7_3$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		36,7	$3,6_7$
450 „ KH_2PO_4	10,00	38,2	$7,6_4$
50,0 „ $(NaPO_3)_3$		38,5	$7,7_0$
400 „ KH_2PO_4	20,00	76,7	$15,3_3$
100,0 „ $(NaPO_3)_3$		78,3	$15,6_5$
250 „ KH_2PO_4	50,00	228,3	$45,6_6$
250,0 „ $(NaPO_3)_3$		231,5	$46,3_0$
100 „ KH_2PO_4	80,00	389,2	$77,8_4$
400,0 „ $(NaPO_3)_3$		385,4	$77,0_8$

erhalten, während W. Dewald und H. Schmidt nach Trennung dieser Mischungen mit Bariumchlorid gänzlich unbefriedigende Werte fanden. Eine Erklärung für diese Abweichungen in Gegenwart von Pyro- bzw. Orthophosphat kann noch nicht gegeben werden.

Arbeitsvorschrift.

Die 1 g des zu untersuchenden Phosphatgemisches enthaltende Lösung von 200 ml wird gegen Methylorange mit n Perchlorsäure neutralisiert und mit 2 bis 2,5 ml n Perchlorsäure und 120 ml 3,5%iger $Ba(ClO_4)_2$-Lösung (hergestellt durch

Neutralisieren von konz. Perchlorsäure mit einer entsprechenden Menge Bariumcarbonat) unter Umrühren versetzt. Sodann wird nach Zugabe von Phenolphthalein unter Umrühren mit n Natronlauge versetzt, bis die Lösung eben rot bleibt. Entfärbt sie sich im Verlaufe der nächsten halben Stunde, so wird nochmals n Natronlauge bis zur Rotfärbung zugefügt. Nach insgesamt ½ Std wird filtriert und gründlich mit 0,1%iger Bariumperchloratlösung gewaschen. Das Filtrat wird sodann mit 1 ml konz. Perchlorsäure versetzt und in einem Erlenmeyer-Weithalskolben eingedampft. Enthält das zu untersuchende Phosphatgemisch mehr als 20% Trimetaphosphat, so wird das eingedampfte Filtrat in einen 100 ml-Meßkolben übergeführt und eine Menge von jeweils 40 ml für die polarometrische Titration daraus entnommen. Liegt der Gehalt* an Trimetaphosphat unterhalb von 20%, so wird das Filtrat bis auf 20—30 ml eingedampft und die Gesamtmenge für die Titration verwendet. Die zu titrierende Lösung wird in ein 100 ml-Becherglas übergespült bzw. abpipettiert und nach Neuberger unter Verwendung eines Polarometers mit einer Bismutylperchloratlösung titriert.

Literatur.

[1] Jones, L. T.: Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **14**, 244 (1940). — [2] Dewald, W. u. H. Schmidt: Diese Z. **137**, 178 (1952). — [3] Neuberger, A.: Diese Z. **116**, 1 (1939). — [4] Harms, J., u. G. Jander: Angew. Chem. **49**, 106 (1936); vgl. diese Z. **111**, 30 (1937/38).

Dr. Ing. G. Ender, Wiesbaden, Loreleiring 18/Ir.

Aus dem Chemischen Institut der Universität Marburg.

Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Chlor im Wasser.

Von

E. Asmus und H. Garschagen.

Mit 4 Textabbildungen.

(Eingegangen am 11. März 1953.)

Die heute zur Bestimmung von Chlor im Wasser allgemein gebräuchliche o-Tolidin-Methode befriedigt nicht. Sie ist weder für Chlor noch für die Gruppe der Halogene spezifisch, sondern spricht auf jedes Oxydationsmittel mit einem gewissen Mindestwert des Oxydationspotentials an. Sie versagt daher[1], wenn das zu untersuchende Wasser mehr als 0,3 mg/l Fe^{3+}, 0,01 mg/l Mn^{4+} oder 0,1 mg/l Nitritstickstoff enthält. Goldenberg[2] hat ferner gezeigt, daß im Wasser gelöstes Kohlendioxyd die das

* Enthält die zu untersuchende Probe weniger als 2% Trimetaphosphat, so ist es vorteilhaft, der Lösung vor der Titration eine abgewogene Menge (50—100 mg) Orthophosphat (mit genau bekanntem P_2O_5-Gehalt) zuzusetzen, da bei geringem P_2O_5-Gehalt die Ausfällung des Wismutphosphats sehr langsam erfolgt und dadurch der Endpunkt der Titration undeutlich wird.

Chlor anzeigende Gelbfärbung stark schwächt. Wird bidestilliertes Wasser zur Herstellung von Chlorwasser verwendet, so ergibt sich nach GOLDENBERG cet. par. die stärkste Gelbfärbung. Bidestilliertes Wasser, das vor dem Einleiten des Chlors 24 Std offen gestanden hat, ergibt infolge Aufnahme von CO_2 scheinbare Minderbeträge an Chlor von ungefähr 15%. Leitet man 3 min lang einen schwachen CO_2-Strom durch das Wasser, ehe es zur Chlorwasserherstellung Verwendung findet, so erhält man eine um etwa 20% geschwächte Färbung. Wird schließlich ein starker CO_2-Strom während einer Dauer von 3 min durch das Wasser geleitet, so ergeben sich sogar scheinbare Minderbeträge an Chlor von rund 62%. Diese Zahlen beweisen eindeutig, daß ein genaues Arbeiten nach der o-Tolidin-Methode ausgeschlossen ist; zumindestens wird dabei die Meßgenauigkeit der heute hergestellten optischen Präzisionsmeßgeräte nicht ausgenutzt.

Vor einiger Zeit haben wir[3] eine auf die Arbeiten von ZINCKE[4], KÖNIG[5] und MILTON[6] zurückgehende photometrische Bestimmungsmethode für Chlor (im folgenden als Benz.-Pyr.-Methode bezeichnet) beschrieben. Der große Vorteil unserer, Benzidin und Pyridin verwendenden, Methode besteht darin, daß sie spezifisch für Chlor und Brom ist und nicht die Störanfälligkeit der o-Tolidin-Methode zeigt. Leider besitzt das Verfahren auch gewisse Eigenschaften, die als Nachteil empfunden werden können. Es registriert z. B. in genau gleichem Maße sowohl Chlor als auch Brom. Diese Tatsache ist von großem Vorteil, wenn man den Gesamthalogengehalt ermitteln will. Interessiert man sich jedoch nur für den Chlorgehalt, so wirkt sich ein eventueller (allerdings nur selten vorhandener) Bromgehalt störend auf die Messung aus. Es war daher wünschenswert, das Verfahren so abzuändern, daß der Einfluß des Broms weitgehend ausgeschaltet wurde. Ferner hat das bei der Benz.-Pyr.-Methode verwendete Mischreagens eine Eigenfarbe; die Messung muß daher mit einem Kompensationsphotometer durchgeführt werden. Schließlich ist die Dauer der Bestimmung mit 30 min für ein optisches Verfahren nach unserem Empfinden zu lang. Daß wir außerdem den Wunsch hatten, die Erfaßbarkeitsgrenze für Chlor noch weiter in das Gebiet kleiner Konzentrationen hinauszuschieben und die Verwendung von Aceton zu vermeiden, sei nur am Rande bemerkt.

Die ZINCKE-KÖNIGsche Reaktion sollte nach wie vor die Grundlage auch des neuen Bestimmungsverfahrens bilden. Daher haben wir zunächst eine größere Anzahl primärer und sekundärer aromatischer Amine darauf hin untersucht, ob man bei ihrer Verwendung an Stelle des Benzidins die ursprüngliche Meßmethode im gewünschten Sinne verbessern könnte. Es ergab sich jedoch, daß entweder die Löslichkeitsverhältnisse ungünstig waren, eine starke Empfindlichkeit gegen Oxydationsmittel vorlag oder die Farbreaktion nicht empfindlich genug war. In der

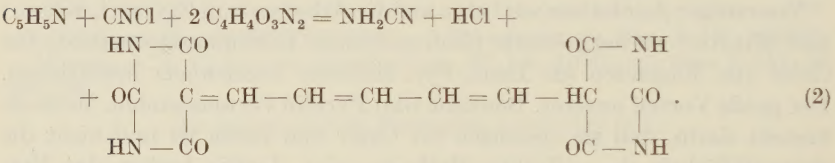
Barbitursäure fanden wir schließlich dasjenige Reagens, das unseren Anforderungen entsprach.

Der Mechanismus der Reaktionsfolge dürfte durch die nachstehenden Gleichungen gegeben sein.

In eine wäßrige KCN-Lösung wird die zu untersuchende chlorhaltige Wasserprobe gegeben; dabei bildet sich nach der Gleichung

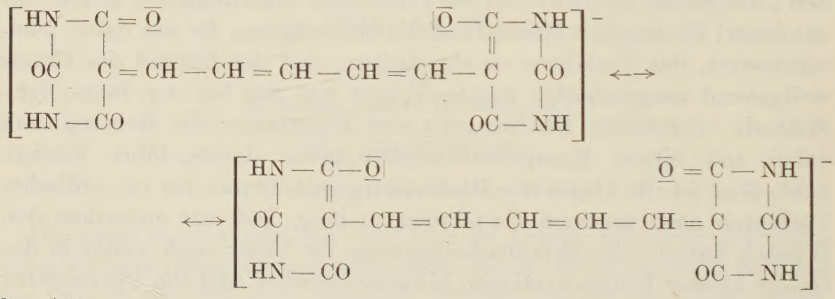
$$KCN + Cl_2 = CNCl + KCl \qquad (1)$$

Chlorcyan. Gibt man nun eine wäßrige Lösung von Pyridin und Barbitursäure hinzu, so lagert sich das Chlorcyan an den Pyridinring an und spaltet ihn auf. Es entsteht intermediär Glutacondialdehyd und durch Anlagerung der Barbitursäure an diesen bildet sich endlich unter Wasseraustritt der zum Chlornachweis verwendete Farbstoff. Die Bruttogleichung der Reaktionsfolge ist in 2) wiedergegeben.



(2)

Nach den Untersuchungen von Gysling und Schwarzenbach[7] sowie Hünig[8] über die Methin-bis-barbitursäure liegt es nahe anzunehmen, daß es sich bei dem gebildeten rotvioletten Farbstoff um das mesomere Dibarbiturat des Glutacondialdehyds mit der Formel



handelt.

Das mit dem Beckman-Spektrophotometer gemessene Absorptionsspektrum des Polymethinfarbstoffes zeigt die Abb. 1. Man erkennt, daß das Absorptionsmaximum bei 578 mμ liegt und sehr scharf ist. Es lag daher nahe, die Extinktionsmessungen mit Quecksilberlicht und Filter Hg 578 durchzuführen. Da für die Messungen zunächst das Kompensations-Photometer der Leitz-Werke Verwendung fand, wurde das dem Gerät beigegebene Filter Hg 578 benutzt. Es zeigte sich aber, daß dieses Filter eine gewisse Durchlässigkeit für das sich an die gelbe Hg-Linie

anschließende Kontinuum aufwies. Bei der steil nach langen Wellen abfallenden Kante der Farbstoffabsorptionskurve resultierte infolgedessen ein beträchtlicher Filterfehler[9]. Wir ersetzten daher das zunächst in Aussicht genommene Filter Hg 578 durch das zwar lichtschwächere aber wesentlich engere Filter 570 und konnten mit ihm und der Hg-Lampe, ohne durch den Filterfehler gestört zu werden, die nachstehend beschriebenen Versuche durchführen.

Nach eingehender Untersuchung des Reaktionsablaufes und der Ermittelung der günstigsten Arbeitsbedingungen ergab sich für die Bestimmung von Chlor im Wasser nachstehendes Verfahren:

Analysenvorschrift.

Reagenzien: 1. 1%ige KCN-Lösung (KCN p. a., Merck).

2. Mischreagens: 3 g Barbitursäure (f. wiss. Zwecke, Merck) werden in einen 50 ml-Meßkolben eingewogen und mit wenig Wasser angeschwemmt. Dann gibt man 15 ml Pyridin (rein, Merck, oder aus technischem Pyridin durch Destillation gewonnen, Kp 115 bis 118° C) hinzu und verdünnt unter Umschütteln so lange mit Wasser, bis sich fast die ganze Barbitursäure gelöst hat. Man fügt dann 3 ml konz. Salzsäure (D 1,16), hinzu und füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke auf. Das Mischreagens muß praktisch farblos sein.

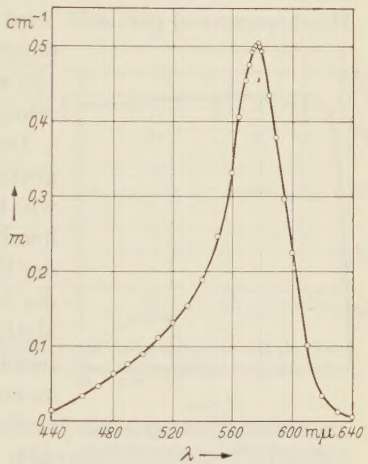


Abb. 1. Absorptionskurve des zur Chlorbestimmung verwandten Polymethinfarbstoffes.

Arbeitsvorschrift: 1 ml der KCN-Lösung wird in einem kleinen Schliffkölbchen mit 25 ml des zu untersuchenden Wassers, dessen p_H-Wert zwischen 2 und 10 liegen darf, versetzt. Man schüttelt kurz um und gibt *sofort* 3 ml Mischreagens aus einer Bürette hinzu. Die nochmals umgeschüttelte Mischung läßt man 5 min stehen und photometriert anschließend gegen Wasser (bei älterem Mischreagens oder bei Verwendung nicht ganz reiner Barbitursäure gegen einen Blindansatz) mit Quecksilberlicht und Filter 570 (Leitz-Kompensations-Photometer, „Leifo") bzw. Hg 578 (Zeiss-Stufenphotometer, Zeiss-Opton-„Elko II"). Die optische Messung muß spätestens 15 min nach dem Ansatz beendet sein. Beim „Leifo" erübrigt sich bei frischem Mischreagens jede Kompensationsmessung. Bei Wasserproben mit Chlorgehalten unter 0,01 mg/l empfiehlt es sich, bei Verwendung des Leitz-Kompensations-Photometers den ganzen Ansatz zu verdoppeln und die 20 cm-Küvetten zu nehmen.

Die Auswertung geschieht nach der Formel

$$\text{Chlorgehalt in mg/l} = 0{,}60\ \text{m},$$

wobei m den in cm^{-1} gemessenen Extinktionsmodul bedeutet.

Dauer der Analyse: 8 min.

Meßbereich: 0,001—2,5 mg/l.

Kleinste meßbare Chlormenge: 0,05 μg.

Wie bereits erwähnt, ist die Methode nicht empfindlich gegen diejenigen im Wasser gelösten Stoffe, die bei der o-Tolidin-Methode Störungen hervorrufen. 1000 mg/l Phenol, 400 mg/l Nitritstickstoff, 1 mg/l Mn^{4+}, 3 mg/l Fe^{3+} beeinträchtigen die Chlorbestimmung nicht. Beträgt die Eisenkonzentration mehr als 3 mg/l, so treten Trübungen auf, die durch eine Ausscheidung von Eisen(III)-hydroxyd hervorgerufen werden. In solchen, sehr selten vorkommenden Fällen verfährt man wie folgt: In die Vergleichsküvette wird an Stelle des destillierten Wassers eine Kompensationslösung gegeben, die aus 1 ml KCN-Lösung, 25 ml der zu untersuchenden Wasserprobe und 3 ml destilliertem Wassers (statt des Mischreagenses) gemischt wird. Auf diese Weise wird die Trübung kompensiert. Wasser mit einem Eisengehalt von 100 mg/l konnte so noch ohne Störung auf seinen Chlorgehalt untersucht werden.

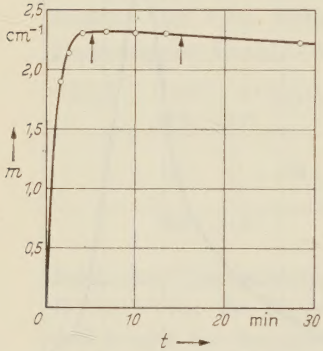


Abb. 2. Zeitlicher Anstieg des Extinktionsmoduls d. untersuchten farb. Lösg., Chlorgehalt 1,40 mg/l.

Der erste Teil der der Chlorbestimmung zugrunde liegenden Reaktionsfolge ist der gleiche wie bei der Benz.-Pyr.-Methode. Das entstehende Chlorcyan unterliegt demnach genau so der Hydrolyse wie dort[3]. Daher ist es auch bei der oben beschriebenen Barbitursäure-Pyridin-Methode (im folgenden als Barb.-Pyr.-Methode bezeichnet) erforderlich, die Reagenzien *pausenlos* zusammenzugeben. Die Ausbildung des Farbstoffes erfolgt auch hier in einer Zeitreaktion. Abb. 2 zeigt die Ausbildung der Farbe in Abhängigkeit von der Zeit. Man erkennt, daß sogar bei der recht hohen Chlorkonzentration von 1,40 mg/l der Wert des Extinktionsmoduls zwischen der 5. und 15. min praktisch konstant ist. Später verblaßt die Lösung wieder und zwar um so langsamer, je geringer die ursprüngliche Chlorkonzentration war. Wie bei der Benz.-Pyr.-Methode kann man auch hier durch Zusatz von Aceton die Farbe stabilisieren. Abb. 3 zeigt den Einfluß eines Acetonzusatzes auf die Beständigkeit der Farbe. Mit Acetonzusatz läßt sich der maximale Extinktionsmodul etwa ½ Std halten. Die bessere Farbkonstanz wird aber durch eine Verlängerung der Analysendauer erkauft. Erst 20 min nach dem Zusammengeben der Reagenzien ist das Maximum des Extinktionsmoduls erreicht. Bei der Benz.-Pyr.-Methode war der Acetonzusatz wegen des Ausflockens des Farbstoffes in wäßriger Lösung unbedingt erforderlich. Bei der Barb.-Pyr.-Methode tritt diese Schwierigkeit nicht in gleichem Maße auf. Es würde dem Wesen der optischen Analyse, die eine Schnellanalyse sein soll, widersprechen, wollte man auf Kosten der Verlängerung der Analysendauer die Farbkonstanz noch zu einem Zeitpunkte erzwingen, in dem die Analyse unter normalen

Umständen längst beendet sein dürfte. Wir haben daher bewußt auf einen Acetonzusatz verzichtet.

Die Einhaltung der in der Arbeitsvorschrift angegebenen Reagenzienmengen ist unbedingt erforderlich. Sowohl eine Vergrößerung des Mischreagensvolumens als auch die Verwendung einer größeren Menge der KCN-Lösung führt infolge Verdünnung zu einer Abschwächung der Farbe.

Gegenüber der Benz.-Pyr.-Methode wird jetzt eine größere Menge des untersuchten Wassers genommen, ohne daß der Farbstoff ausflockt. Der Ansatz reicht daher zur Beschickung größerer Küvetten aus. Im Verein mit dem wesentlich günstigeren analytischen Faktor (0,60 statt 1,81) wird die Erfaßbarkeitsgrenze für Chlor gegenüber der Benz.-Pyr.-Methode um eine Zehnerpotenz nach kleineren Werten hinausgeschoben. Sie liegt bei der neuen Barb.-Pyr.-Methode unter Verwendung des Leitz-Kompensations-Photometers oder des „ElkoII" bei 1 μg Cl_2/l. Eine Erhöhung der Menge des untersuchten Wassers auf über 25 ml bringt kaum eine weitere Steigerung der Empfindlichkeit mit sich, erhöht jedoch in unliebsamer Weise die Analysendauer.

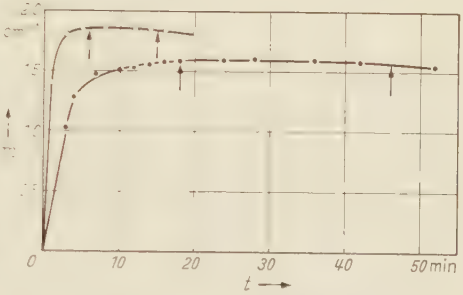


Abb. 3. Einfluß eines Acetonzusatzes auf die Beständigkeit der Farbe. ○ ohne Acet., • mit Aceton.

Nachdem die in der Arbeitsvorschrift zusammengefaßten Arbeitsbedingungen als die günstigsten erkannt worden waren, wurde zur Ermittelung des analytischen Faktors die Eichkurve aufgenommen. Zu diesem Zwecke wurde Chlorwasser, — hergestellt durch Einleiten gasförmigen Chlors in destilliertes Wasser, — dessen Chlorgehalt durch eine jodometrische Titration bestimmt wurde (unter Verwendung von Mikrobüretten und 0,005 n Thiosulfatlösung mit einiger Sicherheit noch bis herunter zu 0,5 mg/l durchführbar), nach der S. 407 gegebenen Arbeitsvorschrift behandelt und der gemessene Extinktionsmodul als Funktion des Chlorgehaltes graphisch in Abb. 4 aufgetragen. Die unvermeidlichen Chlorverluste bedingen eine gewisse Streuung des Meßpunkte. Das Beersche Gesetz ist im ganzen dargestellten Konzentrationsbereich streng erfüllt. Aus der Neigung der Geraden ergibt sich der analytische Faktor zu 0,60 cm · mg/l.

Während bei der Benz.-Pyr.-Methode wegen des Acetonzusatzes die farbigen Lösungen noch bei einem Chlorgehalt von 50 mg/l klar bleiben, trüben sie sich bei der Barb.-Pyr.-Methode infolge langsamen Ausflockens des Farbstoffes schon oberhalb von etwa 10 mg/l. Eine Messung bei diesen Chlorkonzentrationen ist aber schon deswegen nicht

möglich, weil sich infolge der hohen Empfindlichkeit der Methode bereits bei 6 mg/l ein Extinktionsmodul $m = 10{,}0$ ergeben würde, der nur noch mit Küvetten von etwa 1 mm Länge meßbar wäre. Die Methode eignet sich daher in erster Linie zur Bestimmung *kleiner* und *kleinster* Chlorkonzentrationen. Die im Trinkwasser üblichen Chlorkonzentrationen von etwa 0,3 mg/l ergeben bereits sehr kräftige Färbungen; bei Schichtdicken von 2 cm hat die Extinktion hierbei den Wert 1,0.

Um das neue Meßverfahren mit der Benz.-Pyr.-Methode zu vergleichen, haben wir an einigen Tagen den Chlorgehalt des Marburger Trinkwassers nach beiden Bestimmungsverfahren untersucht. Tab. 1 zeigt die trotz der unvermeidlichen Chlorverluste beim Wasserzapfen gut übereinstimmenden Ergebnisse. Es ist beim Vergleich der Werte zu berücksichtigen, daß die jeweils letzte angegebene Dezimale bis auf etwa eine Stelle unsicher ist. Die empfindlichere Barb.-Pyr.-Methode ergibt selbstverständlich genauere Resultate.

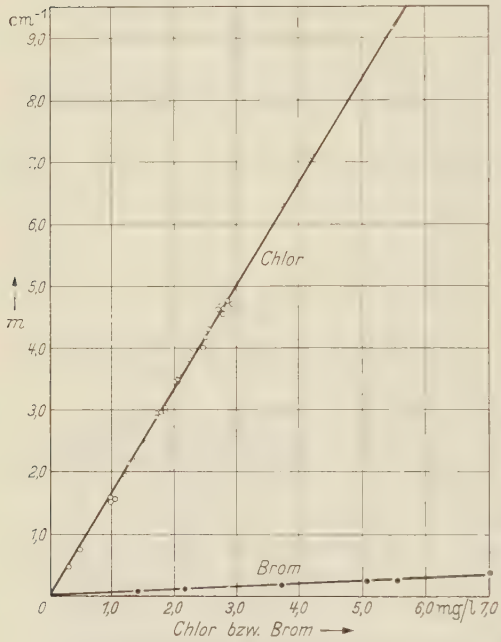


Abb. 4. Eichkurve für Chlor (○) und Brom (•).

Führt man die oben beschriebenen Versuche statt mit Chlor mit Bromwasser durch, so erhält man am Schlusse der Reaktionsfolge den gleichen Farbstoff. Die Ausbeute ist jetzt aber wesentlich geringer. Trägt man in einem Koordinatensystem den Extinktionsmodul gegen die jodometrisch ermittelte Bromkonzentration des untersuchten Wassers auf, so erhält man die ebenfalls in Abb. 4 eingezeichnete Gerade. Während das Beersche Gesetz auch beim Brom in gleicher Weise wie beim Chlor erfüllt ist, ist der analytische Faktor wesentlich ungünstiger. Er beträgt 17,5 statt 0,60 und ist damit fast 30 mal größer. Diese Zahlen drücken aus, daß bei gleichem Prozentgehalt Chlor eine 30 mal stärkere Färbung als Brom ergibt.

Liegen, was wohl selten vorkommen wird, Chlor und Brom zu gleichen Gewichtsteilen im Wasser vor, so würde der Chlorgehalt jeweils nur um etwa 3% verfälscht. Man würde also in einem Wasser, das 0,30 mg/l Chlor und 0,30 mg/l Brom enthält, 0,31 mg/l Chlor finden. Der Unterschied ist so klein, daß er infolge der unvermeidlichen Chlorverluste bei

der Probeentnahme nicht einmal auffallen würde. Die Barb.-Pyr.-Methode kann daher als praktisch spezifisch für Chlor bezeichnet werden.

Tabelle 1. *Vergleich der nach der Benzidin-Pyridin- und der Barbitursäure-Pyridin-Methode ermittelten Chlorgehalte des Marburger Trinkwassers.*

Datum	Uhrzeit	Chlorgehalt des Trinkwassers mg/l	
		Barb.-Pyr.-Meth.	Benz.-Pyr.-Meth.
10. 10. 52	10.00	0,031	0,03
	17.00	0,179	0,19
13. 10. 52	14.00	0,038	0,03
	16.30	0,246	0,24
	17.00	0,224	0,21
14. 10. 52	8.00	0,009	kleiner 0,01
	17.00	0,027	als 0,02

Für die Untersuchung des Chlorgehaltes von Abwässern ist es wichtig zu wissen, wie die angewandte Meßmethode auf den p_H-Wert des untersuchten Wassers anspricht. Eine Sonderuntersuchung galt daher dieser Frage. Hierbei wurde Chlorwasser verschiedenen p_H-Wertes sowohl jodometrisch als auch photometrisch auf seinen Chlorgehalt untersucht. Die Ermittelung des p_H-Wertes geschah mit dem „Pehavi" von Hartmann & Braun AG. unter Benutzung einer Glaselektrode; im stärker alkalischen Gebiet wurde eine gesättigte Antimonelektrode benutzt. Das Ergebnis der Messungen zeigt die Tab. 2.

Tabelle 2. *Abhängigkeit des photometrisch ermittelten Chlorgehaltes vom* p_H*-Wert des Wassers.*

p_H	Chlorgehalt mg/l		Fehler %
	jodometrisch gefunden	photometrisch gefunden	
1,39	1,93	1,26	— 34,8
1,70	1,76	1,31	— 25,6
2,07	2,38	2,24	— 5,9
2,18	0,91	0,87	— 4,4
2,53	2,15	2,21	+ 2,8
2,90	2,12	2,09	— 1,4
3,20	2,34	2,34	± 0
3,76	1,03	1,04	— 1,0
4,57	1,93	1,93	± 0
6,61	1,73	1,73	± 0
7,17	1,43	1,41	— 1,4
8,12	1,57	1,54	— 1,9
8,87	1,34	1,34	± 0
9,74	3,04	3,06	+ 0,7
10,16	0,80	0,77	— 3,7
10,75	2,18	1,91	— 12,4
11,65	3,83	3,24	— 15,4
12,12	1,75	1,02	— 42,2

Die Betrachtung der Tab. 2 lehrt, daß im Bereich von $p_H = 2$ bis $p_H = 10$ die photometrische Bestimmung des Chlorgehaltes nicht durch den Aciditätsgrad des Wassers beeinflußt wird. Außerhalb des oben angegebenen p_H-Gebietes werden wesentlich zu kleine Chlorgehalte ermittelt.

Tabelle 3.

p_H-Wert des Chlorwassers	p_H-Wert der Farblösung
1,39	5,83
4,57	5,90
5,70	5,90
10,0	6,01
12,1	6,07

Die geringe Abhängigkeit der Anzeige von p_H-Wert hängt damit zusammen, daß das bei der optischen Bestimmung verwandte Mischreagens aus Pyridin, Barbitursäure, Salzsäure und Wasser sehr gute Pufferwirkung besitzt. Tab. 3 zeigt, daß trotz sehr starker Variation der Acidität des untersuchten Wassers der p_H-Wert der photometrierten farbigen Lösung nur einen ganz geringen Gang zeigt.

Die gleichen Verhältnisse findet man, wenn man zu den Messungen statt des Chlorwassers Bromwasser verwendet.

Die Desinfektion des Trinkwassers geschieht heute in der Regel durch Einblasen von gasförmigem Chlor in das Wasserversorgungsnetz. Daher sind wir bei unseren Untersuchungen vom Chlorwasser ausgegangen, dessen Gehalt an Chlor (und unterchloriger Säure) wir zu Eichzwecken mittels jodometrischer Titration ermittelten. Trotzdem ist es nicht ohne Interesse zu fragen, wie sich die Benz.-Pyr.-Methode und die Barb.-Pyr.-Methode bei der Untersuchung von Wasser verhalten, dessen Desinfektion mit Chlorkalk bzw. mit Chloramin (p-Toluolsulfochloramidnatrium) vorgenommen wurde. Zu diesem Zwecke haben wir nach beiden optischen Methoden Messungen durchgeführt. Der Gesamtgehalt an frei verfügbarem Chlor in mit technischem Chlorkalk gechlortem Wasser wurde durch Titration mit arseniger Säure (eine jodometrische Titration des angesäuerten Wassers hätte auch das Chlorat erfaßt) bestimmt. In dem mit Chloramin gechlorten Wasser wurde der Gesamtgehalt an gebundenem verfügbaren Chlor durch jodometrische Titration ermittelt. Eine Gegenüberstellung der nach den optischen Methoden und den Titrationsmethoden ermittelten Chlorgehalte zeigen die Tab. 4 und 5.

Die Tab. 4 zeigt deutlich, daß bei Untersuchungen von Wasser, das mit Chlorkalk gechlort ist, beide optischen Methoden das gleiche Ergebnis liefern.

Enthält hingegen das Wasser Chloramin, so erfaßt die Benz.-Pyr.-Methode das gesamte gebundene Chlor, die Barb.-Pyr.-Methode dagegen nur etwa 72% davon. Dieser Unterschied wird durch die verschieden lange Reaktionsdauer bedingt. Innerhalb der vorgeschriebenen Reaktionsdauer von 30 min bei der Benz.-Pyr.-Methode wird im Bereich der untersuchten Chloramingehalte das gesamte gebundene Chlor freigemacht. Die bei der Barb.-Pyr.-Methode vorgeschriebenen 5 min reichen

jedoch nicht aus, um das gesamte Chlor zu erfassen. Der Gehalt an verfügbarem gebundenen Chlor ist daher in diesem Falle aus dem gemessenen Extinktionsmodul in guter Näherung nach der Formel: Chlorgehalt in mg/l = 0,84 · m zu berechnen.

Tabelle 4. *Ermittelung des frei verfügbaren Chlors aus Chlorkalk nach der Benz.-Pyr.- und der Barb.-Pyr.-Methode.*

Benzidin-Pyridin-Methode		Barbitursäure-Pyridin-Methode	
Chlorgehalt mg/l		Chlorgehalt mg/l	
titrimetrisch gefunden	photometrisch gefunden	titrimetrisch gefunden	photometrisch gefunden
0,47	0,45	0,58	0,57
0,90	0,88	0,79	0,74
1,46	1,49	0,96	0,96
2,09	2,16	1,59	1,59
2,76	2,72	1,67	1,68
7,15	7,24	2,00	1,98
		2,58	2,66
		2,70	2,75

Tabelle 5. *Ermittelung des gebundenen verfügbaren Chlors aus Chloramin nach der Benz.-Pyr.- und der Barb.-Pyr.-Methode.*

Benzidin-Pyridin-Methode		Barbitursäure-Pyridin-Methode		
Chlorgehalt mg/l		Chlorgehalt mg/l		
titrimetrisch gefunden	photometrisch gefunden	tirimetrisch gefunden	photometrisch gefunden	% des Sollwertes
0,53	0,49	0,30	0,21	70
0,85	0,81	0,51	0,35	69
1,10	1,03	0,96	0,63	66
2,74	2,76	1,00	0,73	73
3,92	3,93	1,25	0,92	74
5,63	5,76	1,63	1,26	77
6,48	6,52	1,84	1,25	68
		2,17	1,64	76
		3,05	2,21	73
		3,29	2,34	71
		3,64	2,54	70
		3,70	2,70	73

Zusammenfassung.

Es wird eine auf der ZINCKE-KÖNIGschen Reaktion aufgebaute photometrische Bestimmungsmethode für Chlor im Wasser beschrieben. Statt eines primären aromatischen Amins wird jedoch zur Bildung eines Polymethinfarbstoffes die Barbitursäure verwendet. Mit Hilfe dieser neuen Methode kann der Chlorgehalt in Wässern, deren p_H-Wert zwischen 2 und 10 liegen darf, mit dem Leitz-Kompensations-Photometer oder Zeiss-Opton-Elko II im Konzentrationsbereich 1 μg/l — 2,5 mg/l gemessen

werden. Die Methode erfaßt in mit gasförmigem Chlor versetztem Wasser das gesamte wirksame Chlor, in mit Chlorkalk gechlortem Wasser das freie verfügbare Chlor und in mit Chloramin gechlortem Wasser das verfügbare gebundene Chlor. Die Meßwerte werden im Gegensatz zur o-Tolidin-Methode nicht durch Gehalte des Wassers an Kohlendioxyd, Sauerstoff, Nitrit, Eisen(III), Mangan(III, IV) oder Phenol verfälscht. Brom wird etwa 30mal schwächer als Chlor registriert, so daß die Meßmethode als praktisch spezifisch für Chlor angesprochen werden kann. Sie eignet sich insbesondere zur Bestimmung kleiner und kleinster Chlorkonzentrationen.

Es ist uns eine angenehme Pflicht, Herrn Prof. Dr. K. Dimroth für die freundliche leihweise Überlassung eines Beckman-Spektrophotometers zu danken.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

Der eine von uns (H. G.) dankt dem Verband der Chemischen Industrie für die Gewährung einer Studienbeihilfe.

Literatur.

[1] Vgl.: Die amerikan. Einheitsverfahren zur Untersuchung v. Wasser und Abwasser. München: Oldenbourg 1951. — [2] Goldenberg, L.: Mikrochemie **18**, 235 (1935). — [3] Asmus, E., u. H. Garschagen: Diese Z. **136**, 269 (1952). — [4] Zincke, T.: Liebigs Ann. Chem. **333**, 340 (1904). — [5] König, W.: J. prakt. Chem. **69**, 105 (1904). — [6] Milton, R. F.: Nature (London) **164**, 448 (1949); vgl. diese Z. **131**, 57 (1950). — [7] Gysling, H., u. G. Schwarzenbach: Helv. chim. Acta **32**, 1484 (1949). — [8] Hünig, S.: Liebigs Ann. Chem. **574**, 106 (1951) — [9] Asmus, E.: Optik **9**, 108 (1952).

Prof. Dr. E. Asmus, Marburg/Lahn, Andréstr. 19.

Aus dem Chemischen Institut der Universität Marburg.

Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Cyanid und Rhodanid.

Von

E. Asmus und **H. Garschagen.**

Mit 5 Textabbildungen.

(Eingegangen am 11. März 1953.)

Optische Cyanidbestimmungsmethoden gibt es schon seit sehr langer Zeit, doch es besteht nach wie vor das Bedürfnis nach einer Methode, die bei hoher Empfindlichkeit wenn auch nicht absolut spezifisch, so doch verhältnismäßig selektiv ist. Die seit langem bekannten Bestimmungsmethoden über die Berlinerblau-, Eisenrhodanid-, Pikrinsäure-, Guajakharz-, Silbercyanid-, Jodamylum- und Phenolphthalin-Reaktionen weisen

nach Angaben von Anderson[1], Kolthoff[2], Sundberg[3], Childs u. Ball[4] folgende Nachweisempfindlichkeiten für Cyanid in mg/l auf.

Tabelle 1. *Empfindlichkeit der optischen Cyanidbestimmungsmethoden.*

Bestimmungsmethode	Erfaßbare Cyanid-Grenzkonzentration in mg/l
Berlinerblau-Reaktion	2
Eisenrhodanid-Reaktion . . .	0,1
Pikrinsäure-Reaktion.	1
Guajakharz-Reaktion	0,004—0,1
Silbercyanid-Reaktion	0,03 —1
Jodamylum-Reaktion	0,1
Phenolphthalin-Reaktion . . .	0,05 —0,1

Nur die beiden ersten Reaktionen sind für Cyanid spezifisch. Die anderen können eigentlich nur so ausgewertet werden, daß ihr Ausbleiben das Fehlen von Cyanid anzeigt. Ganz besonders anfällig gegen Störungen ist die Guajakharz-Reaktion, über deren Empfindlichkeit außerdem sehr verschiedene Aussagen vorliegen. Sie spricht außer auf Cyanid auch noch auf Chlor, Brom, Jod, Ozon, Ammoniak und sogar Zigarrenrauch an. Kolthoff mißt ihr daher keinen Wert bei.

In neuerer Zeit hat Nicholson[5] die o-Kresolphthalin-Reaktion zur Bestimmung von Cyanid herangezogen, doch ist sie, genau so wie die Phenolphthalin-Reaktion, nicht spezifisch für Cyanid, sondern spricht auf ein bestimmtes Oxydationspotential an. Auch die Pikrinsäure-Methode ist neuerdings wieder von Fisher u. Brown[6] zur photometrischen Cyanidbestimmung herangezogen worden. Die in Tab. 1 angegebene Empfindlichkeit gilt auch bei Durchführung der Messungen unter Zuhilfenahme des Beckman-Spektrophotometers. Sulfid- und Sulfit-Ionen sowie andere Reduktionsmittel stören die Bestimmung.

Wesentlich spezifischere Methoden wurden von Epstein[7], F. Feigl u. H. E. Feigl[8], sowie Brooke[9] angegeben.

Epstein läßt aus dem Cyanid erst Chlorcyan entstehen und dieses unter Ausnutzung der Zincke-Königschen Reaktion mit Pyridin und 1-Phenyl-3-methyl-pyrazolon unter Bildung eines Polymethinfarbstoffes reagieren. Die Methode spricht auf Cyanid und Rhodanid an, besitzt für Cyanid eine Nachweisempfindlichkeit von 0,2 mg/l und ist im Bereich von 0,2—1,2 mg/l anwendbar. Die Farbe ist jedoch nicht haltbar und muß in wenig durchsichtiger und nicht gut reproduzierbarer Weise durch Zusatz von bis-Phenylmethylpyrazolon stabilisiert werden.

Die von F. Feigl und H. E. Feigl ausgearbeitete Methode beruht auf der Tatsache, daß der Palladiumkomplex des Dimethylglyoxims in alkalischer Lösung mit Cyanid Dimethylglyoxim gibt, das mit einem zugesetzten Nickelsalz die bekannte rote Verbindung liefert.

Nach Brooke ist die Methode zwar spezifisch für Cyanid, jedoch mit 3 mg/l als Grenzkonzentration viel zu unempfindlich. Durch Ersatz des Dimethylglyoxims durch α-Furildioxim konnte Brooke die Nachweisempfindlichkeit auf 0,5 mg/l erhöhen. Jedoch ist die Methode einer exakten photometrischen Messung schlecht zugängig, man ist auf das colorimetrische Meßverfahren mit Vergleichslösungen angewiesen. Der Meßbereich reicht nur von 0,5—3 mg/l. Störungen werden durch Phosphate, Phenole, Sulfide, Eisen, Aluminium und Magnesium hervorgerufen.

I. Bestimmung von Cyanid.

Vor kurzem haben wir[10] eine Methode zur photometrischen Bestimmung von Chlor im Wasser beschrieben. Hierbei wird zunächst aus Chlor und Cyanid Chlorcyan gebildet, welches sich anschließend mit Pyridin und Barbitursäure zu einem Polymethinfarbstoff umsetzt. Die Menge des gebildeten Farbstoffes und damit der Extinktionsmodul der photometrierten Endlösung richtet sich nach der Menge des im Unterschuß vorliegenden Reaktionspartners. Bei der Chlorbestimmung wurden Cyanid, Pyridin und Barbitursäure im Überschuß angewandt; man kann jedoch die Konzentrationsverhältnisse für Chlor und Cyanid umkehren und erhält so eine Bestimmungsmethode für Cyanid in wäßriger Lösung.

Analysenvorschrift.

Reagenzien: 1. 1%ige wäßrige Chloraminlösung (p-Toluolsulfochloramidnatrium, p. a., Merck).

2. Mischreagens: 3 g Barbitursäure (f. wiss. Zwecke, Merck) werden in einen 50 ml-Meßkolben eingewogen und mit wenig Wasser angeschwemmt. Dann gibt man 15 ml Pyridin (rein, Merck, oder aus technischem Pyridin durch Destillation gewonnen, Kp 115—118° C) hinzu und verdünnt unter Umschütteln so lange mit Wasser bis sich fast die ganze Barbitursäure gelöst hat. Man fügt dann 3ml konz. Salzsäure (D 1,16) hinzu und füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke auf. Das Mischreagens muß praktisch farblos sein.

Arbeitsvorschrift: In ein trockenes kleines Schliffkölbchen pipettiert man 25 ml der auf Cyanid zu untersuchenden Wasserprobe, deren p_H-Wert zwischen 2 und 10 liegen darf, ein. Man gibt aus einer Bürette 1 ml Chloraminlösung hinzu, schüttelt um und läßt 1 min verschlossen stehen. Dann werden unter stetem Schütteln aus einer Bürette 3 ml Mischreagens hinzugegeben. Man läßt anschließend das verschlossene Kölbchen etwa 8 min stehen und photometriert mit Quecksilberlicht und Filter 570 (Leitz-Kompensations-Photometer, „Leifo") bzw. Filter Hg 578 (Zeiss-Stufenphotometer, Zeiss-Opton-„Elko II") gegen Wasser (bei älterem Mischreagens oder nicht ganz reiner Barbitursäure gegen einen Blindansatz) als Kompensationslösung. Die optische Messung soll spätestens 15 min nach dem Ansatz beendet sein. Beim „Leifo" erübrigt sich jede Kompensationsmessung. Bei Wasserproben mit einem Cyanidgehalt unter 0,01 mg/l empfiehlt es sich, bei Verwendung des Kompensations-Photometers den ganzen Ansatz zu verdoppeln und die 20 cm-Küvetten zu verwenden.

Die Auswertung geschieht nach der Formel

$$\text{Cyanidgehalt in mg/l} = 0{,}48\ \text{m},$$

wobei m den in cm^{-1} gemessenen Extinktionsmodul bedeutet.

Dauer der Analyse: 10 min.
Meßbereich: 0,001—1 mg/l.
Kleinste meßbare Cyanidmenge: 0,05 μg.

Unter Einhaltung der in der obigen Vorschrift gegebenen Arbeitsbedingungen wurde der für die Auswertung der Analysen erforderliche analytische Faktor durch Aufstellen einer Eichkurve ermittelt. Zu diesem Zwecke wurde unter Verwendung von analysenreinem Kaliumcyanid (p. a., Merck) eine Stammlösung hergestellt, deren Gehalt durch Titration nach LIEBIG ermittelt wurde. Durch Verdünnen der Stammlösung konnten Lösungen geringen Cyanidgehaltes hergestellt werden. Der Extinktionsmodul der nach der Analysenvorschrift behandelten verdünnten Cyanidlösungen wurde mit dem Leitz-Kompensations-Photometer gemessen und in Abb. 1 graphisch gegen die Konzentration aufgetragen. Das BEERsche Gesetz ist im ganzen untersuchten Bereich streng erfüllt. Die Streuung der Meßpunkte ist wesentlich geringer als bei der Aufnahme der Eichkurve für Chlor[10], weil keine Cyanidverluste auftreten können. Aus der Neigung der Geraden ergibt sich der analytische Faktor zu 0,220. Trotz der Gültigkeit des BEERschen Gesetzes kann im Gebiete höherer Konzentrationen eine Extinktionsmessung nicht mehr durchgeführt werden. Als äußere Grenze ist bei Messungen mit dem Leitz-Kompensations-Photometer ein Cyanidgehalt von 1 mg/l anzusehen, weil im Gebiete höherer Konzentrationen selbst bei Verwendung von 0,5 cm-Küvetten und ausgeschwenktem Grauglas die Extinktionswerte zu groß werden. Beim „Elko II", dessen Extinktionsmeßbereich nur bis E = 1,20 reicht, müßte man in diesem Konzentrationsgebiet Küvetten mit einer Schichtdicke von 0,2 cm verwenden. Aus diesen Gründen eignet sich die oben beschriebene Bestimmungsmethode am besten zur Ermittelung *kleiner* und *kleinster* Cyanidmengen.

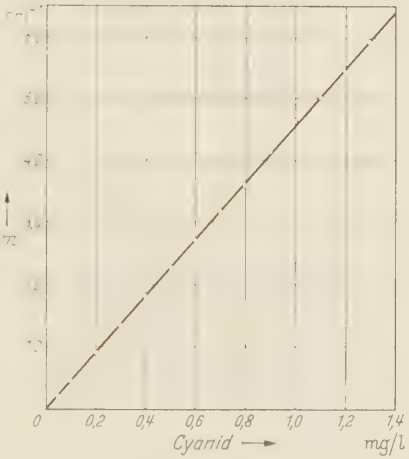


Abb. 1. Eichkurve für Cyanid.

Die in der Vorschrift angegebenen Arbeitsbedingungen müssen genau eingehalten werden. Nachstehende Kurven und Tabellen zeigen, wie die Meßergebnisse durch eine Abweichung von den festgelegten optimalen Bedingungen verändert werden.

Die Abhängigkeit des analytischen Faktors F von der Zeitdauer der Einwirkung von Chloramin auf Cyanid zeigt Abb. 2. Der analytische Faktor

variiert kaum. Man könnte daher alle Reagenzien auch pausenlos zusammengeben. Es zeigt sich aber, vor allem bei höheren Cyanidkonzentrationen, daß ohne Einschaltung der vorgeschriebenen Pause von 1 min Dauer die Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse schlechter wird. Es ist daher unbedingt zu empfehlen, die Pause einzuhalten. Eine Verlängerung der Pause ist überflüssig und führt nur zu einer Erhöhung der Analysendauer; einen nennenswerten Einfluß auf das Analysenergebnis hat sie nicht.

Die Abhängigkeit des analytischen Faktors von der Menge des zugesetzten Mischreagenses geht aus Tab. 2 und Abb. 3 hervor.

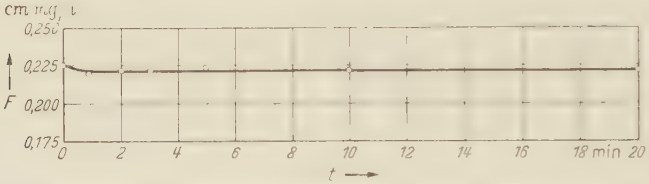


Abb. 2. Die Abhängigkeit des analytischen Faktors von der Dauer der Einwirkung von Chloramin auf Cyanid.

Die graphische Darstellung in Abb. 3 zeigt, daß bei 2 ml Mischreagens der analytische Faktor sogar noch günstiger ist als bei Verwendung der in der Analysenvorschrift angegebenen Menge von 3 ml. Die geringe Verstärkung der Farbe würde aber in diesem Falle durch eine Verlängerung der Analysendauer um etwa 5 min erkauft werden, da die Farbausbildung (vgl. Tab. 2) langsamer erfolgt.

Tabelle 2. *Abhängigkeit des analytischen Faktors und der Zeitdauer bis zum Eintreten des Extinktionsmaximums von der Menge des Mischreagenses.*

Mischreagensmenge ml	Analytischer Faktor cm · mg/l	Zeitdauer bis zum Eintreten des Maximums d. Extinktion min
1	0,222	20
2	0,215	10—12
3	0,220	5—8
4	0,231	5—8
5	0,239	5—8

Die Menge der angewandten 1%igen Chloraminlösung ist zwar ohne Einfluß auf die Schnelligkeit der Farbausbildung, aber der analytische Faktor hängt in sehr starkem Maße von ihr ab. Abb. 4 stellt die Abhängigkeit des analytischen Faktors von dem angewandten Volumen der Chloraminlösung dar. Der Kurvenverlauf in Abb. 4 läßt deutlich erkennen, daß die Einhaltung der vorgeschriebenen Menge der 1%igen Chloraminlösung von *größter* Bedeutung für das Analysenergebnis ist.

Zur Prüfung der p_H-Abhängigkeit des analytischen Faktors wurde eine Reihe von Cyanidbestimmungen in Wässern verschiedenen p_H-Wertes durchgeführt. Die Messung der Acidität erfolgte mit dem „Pehavi" der Hartmann & Braun, AG., unter Verwendung einer Glas- und einer Antimonelektrode. Tab. 3 zeigt die Zusammenstellung der Meßergebnisse.

Die praktische Unabhängigkeit des Analysenergebnisses vom p_H-Wert im Bereiche zwischen p_H 2 und p_H 10 ist bedingt durch die gute Pufferwirkung des zugesetzten Mischreagenses. Variiert man den Ausgangs-p_H-Wert im Bereiche von 4,4—9,3, so verändert sich der p_H-Wert der photometrierten farbigen Lösung nur zwischen 5,85 und 5,88.

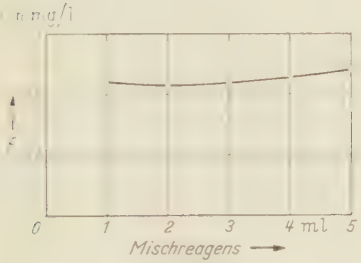


Abb. 3.

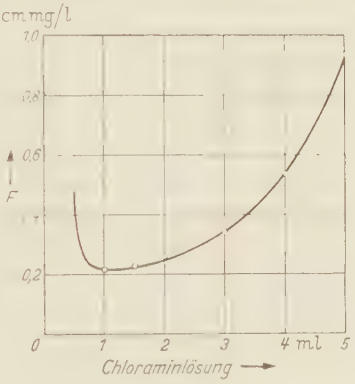


Abb. 4.

Abb. 3. Die Abhängigkeit des analytischen Faktors von der Menge des angewandten Mischreagenses.

Abb. 4. Die Abhängigkeit des analytischen Faktors von der angewandten Menge der Chloraminlösung.

Tabelle 3. *Abhängigkeit des optisch ermittelten Cyanidgehaltes vom* p_H*-Wert der Ausgangslösung.*

p_H	Cyanidgehalt der untersuchten Lösung in mg/l		Fehler %
	vorhanden	gefunden	
2,43	0,60	0,58	— 3,3
2,72	0,60	0,60	± 0
3,61	0,50	0,51	+ 2,0
4,40	0,50	0,50	± 0
5,81	0,10	0,10	± 0
6,70	0,50	0,51	+ 2,0
8,44	0,50	0,50	± 0
9,16	0,60	0,59	— 1,7
9,93	0,60	0,58	— 3,3
10,18	0,50	0,46	— 8,0
10,63	0,60	0,20	—66,7

Stärker alkalische Cyanidlösungen mit einem p_H-Wert über 10, wie sie etwa bei einer vorangehenden Destillation anfallen, lassen sich ebenfalls nach der Barbitursäure-Pyridin-Methode untersuchen. Die alkalische

Lösung muß zu diesem Zwecke nur soweit angesäuert werden, daß der p_H-Wert etwa 6 wird.

Eine Temperaturabhängigkeit des analytischen Faktors konnte zwischen 15° und 25° C nicht festgestellt werden.

Der Einfluß von im Wasser gelösten Begleitstoffen auf das Ergebnis der Analyse wurde eingehend untersucht. Chlorid-, Borat-, Nitrat-, Nitrit-, Phosphat-, Oxalat-, Tartrat-, Acetat-, Hydrogencarbonat- und Sulfat-Ionen sowie Phenole stören noch in Mengen von 1000 mg/l nicht. Alkalicarbonate dürfen keine höhere Konzentration als etwa 100 mg/l aufweisen, weil die Lösungen sonst zu alkalisch werden (vgl. Tab. 3). Auch freie Oxalsäure und Cyanate dürfen nur mit 100 mg/l vertreten sein. Natriumsulfit sowie Eisen(III) stören, wenn die Konzentration etwa 20 mg/l übersteigt. 10 mg/l Na_2S stören nicht; größere Mengen an Sulfiden müssen vorher mit Cadmiumnitrat entfernt werden. $K_4[Fe(CN)_6]$ und $K_3[Fe(CN)_6]$ rufen bei 10 mg/l bzw. 5 mg/l noch keine Störung hervor, desgleichen 3 mg/l H_2O_2.

II. Bestimmung von Rhodanid.

Eine Bestimmung von Rhodanid kann im Prinzip nach dem gleichen Verfahren wie die Cyanidbestimmung durchgeführt werden, da Rhodanid und Chlor nach der Gleichung

$$KCNS + 4Cl_2 + 4H_2O = CNCl + 7HCl + KHSO_4$$

reagieren.

Die einzige Schwierigkeit besteht darin, daß die Reaktion zwischen Rhodanid und Chloramin (als Chlorlieferant) nur so langsam verläuft, daß die Analysendauer zu lang wird. Durch Zugabe eines Eisen(III)-salzes läßt sich der Ablauf der Reaktion jedoch katalytisch beschleunigen und damit die Analysendauer auf 10 min herabdrücken.

Analysenvorschrift.

Reagenzien:

1. 1%ige wäßrige Chloraminlösung (p-Toluolsulfochloramidnatrium, p.a., Merck).

2. Mischreagens: 3 g Barbitursäure (f. wiss. Zwecke, Merck) werden in einen 50 ml-Meßkolben eingewogen und mit wenig Wasser angeschwemmt. Dann gibt man 15 ml Pyridin (rein, Merck, oder aus technischem Pyridin durch Destillation gewonnen, Kp 115—118° C) hinzu und verdünnt unter Umschütteln so lange mit Wasser, bis sich fast die ganze Barbitursäure gelöst hat. Man fügt dann 3 ml konz. Salzsäure (D 1,16) hinzu und füllt nach dem Erkalten mit Wasser zur Marke auf. Das Mischreagens muß praktisch farblos sein.

3. 0,1%ige Eisen(III)-chloridlösung. 1 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ wird zu 100 ml gelöst und aus dieser haltbaren 1%igen Lösung wird täglich die 0,1%ige Lösung durch Verdünnen hergestellt.

Arbeitsvorschrift: In ein trockenes kleines Schliffkölbchen gibt man 25 ml der auf Rhodanid zu untersuchenden Wasserprobe, versetzt nacheinander aus Büretten mit 1 ml 0,1%iger Eisenchloridlösung und 1 ml 1%iger Chloraminlösung. Nach kurzem Umschwenken läßt man 2 min stehen und fügt dann unter Umschütteln

3 ml Mischreagens hinzu. Nach weiteren 5—8 min photometriert man mit Quecksilberlicht und Filter 570 (Leitz-Kompensations-Photometer, „Leifo") bzw. Filter Hg 578 (Zeiss-Stufenphotometer oder Zeiss-Opton-„Elko II") gegen eine Kompensationslösung, die in gleicher Weise wie die Meßlösung angesetzt wird, jedoch statt der rhodanidhaltigen Wasserprobe die gleiche Menge destillierten Wassers enthält. Die optische Messung soll spätestens 15 min nach dem Ansatz beendet sein. Bei Wasserproben mit einem Rhodanidgehalt unter 0,01 mg/l empfiehlt es sich beim Kompensations-Photometer, den Ansatz zu verdoppeln und die 20 cm-Küvetten zu verwenden.

Die Auswertung geschieht nach der Formel

Rhodanidgehalt in mg/l = 0,48 m,

wobei m den in cm^{-1} gemessenen Extinktionsmodul bedeutet.

Dauer der Analyse: 10 min.

Meßbereich: 0,001—2,5 mg/l.

Kleinste meßbare Rhodanidmenge: 0,05 μg.

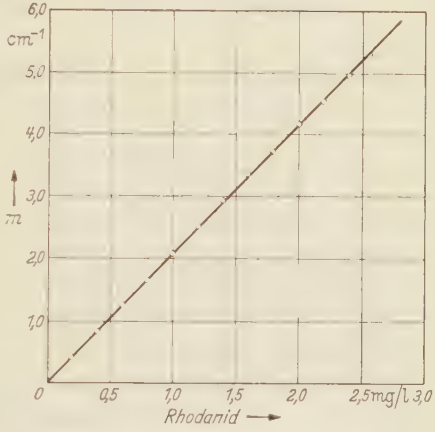


Abb. 5. Eichkurve für Rhodanid.

Der oben angeführte analytische Faktor ergab sich durch Aufnahme einer Eichkurve. Der für die optische Untersuchung geeignete Konzentrationsbereich wurde durch Verdünnen einer Stammlösung, deren Gehalt durch Titration nach Volhard eingestellt wurde, erhalten. Die Abb. 5 zeigt den Verlauf der Eichkurve. Das Beersche Gesetz ist im ganzen dargestellten Konzentrationsbereich erfüllt. Rhodanidkonzentrationen über 2,5 mg/l können nicht mehr gemessen werden, weil die Extinktionen zu große Werte annehmen.

Wie wesentlich der Zusatz des Eisen(III)-chlorids für die Beschleunigung der Chlorcyanbildung aus Chloramin und Rhodanid ist, zeigt Tab. 4. Bei den Versuchen, aus denen sich die Tabellenwerte ergaben, wurde vor dem Hinzufügen des Pyridin-Barbitursäure-Mischreagenses zu dem Gemisch aus Chloramin- und Rhodanidlösung jeweils eine Pause von variabler Dauer eingeschaltet, um festzustellen, wie rasch sich das Chlorcyan bildet. Die Messung des Extinktionsmoduls, dessen Wert der gebildeten Chlorcyanmenge proportional ist, geschah, wie es die Arbeitsvorschrift bestimmt, 5—8 min nach dem Zusatz des Mischreagenses.

Ohne Eisensalzzusatz ist (abgesehen von dem etwas anderen analytischen Faktor) die Reaktionsgeschwindigkeit der Chlorcyanbildung stark von der Rhodanidkonzentration abhängig. Bei 2,00 mg SCN^-/l ist der Endwert des Extinktionsmoduls erst nach einer mehr als halbstündigen Einwirkung von Chloramin auf Rhodanid erreicht, während bei 0,61 mg/l eine Reaktionsdauer von 10 min ausreicht. Der Zusatz des Eisensalzes verkürzt die Reaktionszeit auf weniger als 1 min. Da eine

Verlängerung der Pause vor Zugabe des Pyridin-Barbitursäuregemisches zu keiner Verringerung des Extinktionsmoduls führt, wartet man bei der Durchführung der Analyse zur Sicherheit 2 min, ehe man das Mischreagens zusetzt.

Tabelle 4. *Abhängigkeit des Extinktionsmoduls m von der Dauer der Reaktion zwischen Chloramin und Rhodanid ohne und mit Zusatz von Eisenchlorid.*

Rhodanidkonzentration 0,61 mg/l		2,00 mg/l			
ohne $FeCl_3$		ohne $FeCl_3$		mit $FeCl_3$	
t min	m cm^{-1}	t min	m cm^{-1}	t min	m m^{-1}
1	0,81	5	3,50	1	4,18
2	1,12	10	3,72	2	4,18
3	1,21	15	4,08	3	4,17
4	1,26	20	4,14	4	4,19
5	1,30	25	4,20	5	4,18
6	1,28	30	4,23	10	4,16
10	1,31	35	4,28	20	4,18
15	1,30	40	4,28	30	4,18
20	1,30	50	4,28	50	4,17
30	1,31	60	4,28		
40	1,30				
60	1,29				

Zusammenfassung.

Es wird eine auf der Zincke-Königschen Reaktion aufgebaute photometrische Bestimmungsmethode für Cyanid und Rhodanid im Wasser beschrieben. Statt eines primären aromatischen Amins wird jedoch zur Bildung eines Polymethinfarbstoffes Barbitursäure verwendet. Nach dieser neuen Methode kann in Wässern, deren p_H-Wert zwischen 2 und 10 liegen darf, mit Hilfe des Leitz-Kompensations-Photometers oder des Zeiss-Opton-„Elko II" der Cyanidgehalt im Konzentrationsbereich 1 μg/l bis 1 mg/l und der Rhodanidgehalt im Bereich 1 μg/l bis 2,5 mg/l gemessen werden.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft danken wir für die Unterstützung dieser Arbeit.

Der eine von uns (H. G.) dankt dem Verband der Chemischen Industrie für die Gewährung einer Studienbeihilfe.

Literatur.

[1] Anderson, G.: Diese Z. **55**, 459 (1916). — [2] Kolthoff, J. M.: Diese Z. **57**, 1 (1918); **63**, 188 (1923). — [3] Sundberg, T.: Diese Z. **61**, 110 (1922). — [4] Childs, A. E., u. W. C. Ball: Analyst **60**, 294 (1935); vgl. diese Z. **105**, 153 (1936). — [5] Nicholson, R. J.: Analyst **66**, 189 (1941); vgl. diese Z. **126**, 279 (1943). — [6] Fisher, F. B., u. J. S. Brown: Analyt. Chemistry **24**, 1440 (1952). — [7] Epstein, J.: Analyt. Chemistry **19**, 272 (1947). — [8] Feigl, F., u. H. E. Feigl: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **3**, 300 (1949); vgl. diese Z. **130**, 443 (1949/50). — [9] Brooke, M.: Analyt. Chemistry **24**, 583 (1952). — [10] Asmus, E., u. H. Garschagen: Diese Z. **138**, 404 (1953).

Prof. Dr. E. Asmus, Marburg/Lahn, Andréstr. 19.

Aus dem Tabakforschungsinstitut Forchheim b. Karlsruhe
(Direktor: Reg.-Chem.-Rat Dr. K. Schmid).

Beitrag zur Methodik der papierchromatographischen Identifizierung des Rutins und seines Nachweises in Tabakauszügen.

Von
Erich Wegner.

Mit 3 Textabbildungen.

(Eingegangen am 14. März 1953.)

Im Rahmen eines experimentellen Beitrages zur Anwendung der Papierchromatographie bei der chemischen Tabakuntersuchung wurde auch über die Methodik der Trennung und Erkennung der Polyphenole berichtet[1]. Auf den Nachweis einzelner in Tabaken vorkommender Verbindungen von Phenolcharakter, z. B. Rutin und Chlorogensäure, wurde damals verzichtet, da die Auftrennung des im Untersuchungsmaterial (röhrengetrockneter, fermentierter Virgin A) enthaltenen Phenolkörpergemisches mittels der eindimensionalen Technik hierfür nicht ausreichend erschien. Wir haben später nach der gleichen Arbeitsweise einen röhrengetrockneten, aber noch nicht fermentierten Virgin D auf das Vorliegen von Polyphenolen geprüft, aus dem R. Wahl[2] in unserem Institut eine Substanz isoliert hatte, die auf Grund ihres Verhaltens als Flavonolglucosid, wahrscheinlich Rutin, anzusprechen war. Das Chromatogramm eines Auszuges dieses Tabaks zeigte bei der Entwicklung mit Eisenchlorid einen olivgrünen Farbfleck, den wir ebenfalls auf Rutin zurückführten. Da im Gegensatz zu unseren früheren Versuchen mit Virgin A andere Phenolverbindungen nicht nachweisbar waren, erübrigte es sich in diesem Falle, für die weitere Untersuchung das zweidimensionale Verfahren zur Anwendung zu bringen. Der Nachweis des Rutins im Tabakauszug sowie die Identifizierung des aus dem gleichen Tabak präparativ dargestellten Flavonolderivates wurde in folgender Weise geführt:

Der nach unseren früheren Angaben[1] hergestellte und gereinigte Tabakauszug, sowie die 1%ige methanolische Lösung des fraglichen Rutinpräparates wurden in bekannter Weise auf Whatman-Papier Nr. 1 aufgetragen und chromatographiert, wobei wir zwei Rutinpräparate des Handels und reines Quercitrin (jeweils in 1%iger methanolischer Lösung) zum Vergleich mitlaufen ließen. Als Lösungsmittel diente wiederum das von O. T. Schmidt und R. Lademann[3] zur papierchromatographischen Trennung von Gerbstoffen benutzte Butanol-Eisessig-Wasser-Glykol-

Gemisch. Nach etwa 15stündiger Laufzeit (absteigende Methode) wurde das Chromatogramm mit 1%iger methanolischer Eisenchloridlösung entwickelt. Die Übereinstimmung der Länge der Wanderungsstrecken mit der des Rutins (Abb. 1) bestätigte, daß es sich sowohl bei dem im Tabak papierchromatographisch nachgewiesenen, als auch bei dem aus diesem präparativ gewonnenen Phenolderivat um Rutin handelte. Quercitrin zeigte dagegen einen höheren R_f-Wert.

Zu dem gleichen Ergebnis gelangten wir, wenn an Stelle der Phenolreaktion mit Eisenchlorid die von W. Küssner[4] zum Rutinnachweis empfohlene Fluorescenzreaktion auf Flavonole nach Wilson[5] auf dem Chromatogramm ausgeführt wurde. Als Entwickler diente hierbei eine Lösung von je 0,5 g Bor- und Citronensäure in 20 ml Methanol. Nach dem Aufsprühen wurde das Papier 10 min im Trockenschrank von 100° C erwärmt. An den von Rutin besetzten Stellen traten citronengelbe Flecke auf, die unter der Analysenquarzlampe grünlichgelb fluorescierten.

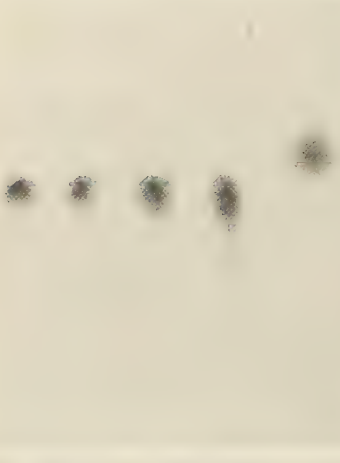


Abb. 1. *Nachweis des Rutins.* Von links nach rechts aufgetragen: *1 2* Rutinpraparate des Handels; *3* Flavonolglucosid aus Tabak; *4* Tabakauszug; *5* Quercitrin.

Zur weiteren Charakterisierung des aus dem Tabak isolierten Rutins wurde versucht, seine bei der Säurehydrolyse entstehenden Spaltprodukte Quercetin, Rhamnose und Glucose auf papierchromatographischem Wege nachzuweisen. Rutin stellt bekanntlich ein Glucosid dar, in dem Quercetin an Rutinose, einer 6-l-Rhamnosido-d-glucose, gebunden vorliegt, während im Quercitrin je 1 Mol Quercetin und l-Rhamnose glucosidisch miteinander verknüpft sind.

Je 0,4 g Rutin aus Tabak, Rutin-„Merck" und Quercitrin wurden mit jeweils etwa der 100fachen Menge n Schwefelsäure etwa 1 Std lang im siedenden Wasserbad hydrolysiert. Anschließend wurden die Aglykone abfiltriert, mit Wasser gewaschen und getrocknet. Je 0,1 g der gelbgefärbten Substanzen wurden hierauf in 10 ml siedendem Methanol gelöst, wobei sich nach dem Erkalten ein Teil des schwer alkohollöslichen Quercetins wieder ausschied. Die gesättigten methanolischen Quercetinlösungen wurden in der oben angegebenen Weise chromatographiert. Die drei Aglykone zeigten gleiche R_f-Werte, erwiesen sich also als identisch (Abb. 2), womit der Nachweis des Quercetins in dem aus Tabak gewonnen Rutin erbracht war.

Die nach der Hydrolyse der beiden Rutinpräparate und der Abtrennung des Quercetins anfallenden, die Zucker enthaltenden sauren Filtrate wurden so lange mit überschüssigem Bariumcarbonat geschüttelt, bis die gesamte Schwefelsäure gebunden war und die Flüssigkeit neutrale Reaktion zeigte. Hierauf wurde von dem aus Bariumcarbonat und Bariumsulfat bestehenden Niederschlag abfiltriert. Die Filtrate wurden bei einer Temperatur von 40—45° C im Vakuum der Wasserstrahlpumpe eingedunstet und die Rückstände in je 5 ml Wasser gelöst. Die beiden

Abb. 2.

Abb. 3.

Abb. 2. *Nachweis des Quercetins.* Von links nach rechts aufgetragen: *1* Quercetin aus Rutin „Merck"; *2* Aglykon des aus Tabak isolierten Rutinpräparates; *3* Quercetin aus Quercitrin.

Abb. 3. *Nachweis von Rhamnose und Glucose.* Obere Flecke = Rhamnose; untere Flecke = Glucose. Von links nach rechts aufgetragen: *1* Hydrolysat des Rutins „Merck"; *2* Rhamnose-Glucose-Lösung; *3* Hydrolysat des aus Tabak isolierten Rutinpräparates.

Lösungen wurden gemeinsam mit einer 1%igen Rhamnose-Glucose-Lösung unter Verwendung von WHATMAN-Papier Nr. 1 chromatographiert. Als Lösungsmittel diente ein Essigester-Pyridin-Wasser-Gemisch[6]; die Chromatogramme wurden mit Anilinphthalatlösung[7] entwickelt. Die Methodik des papierchromatographischen Zuckernachweises haben wir bereits früher ausführlich beschrieben[1], so daß an dieser Stelle auf Einzelheiten verzichtet werden kann. Wie aus Abb. 3 hervorgeht, wurden im Hydrolysat des von R. WAHL[2] aus Virgin D isolierten Präparates Rhamnose und Glucose aufgefunden. Nachdem somit auch die beiden Komponenten des Zuckeranteiles ermittelt waren, war die Verbindung eindeutig als Rutin charakterisiert.

Zusammenfassung.

Es wird die Methodik des papierchromatographischen Nachweises des Rutins in Tabakauszügen und die Identifizierung dieses Glucosides in Form seiner bei der Säurehydrolyse entstehenden Spaltprodukte beschrieben.

Literatur.

[1] Wegner, E.: Tabakforschung Nr. 10. — [2] Wahl, R.: unveröffentlichte Versuche. — [3] Schmidt, O. T., u. R. Lademann: Liebigs Ann. Chem. **571**, 41 (1951). — [4] Küssner, W.: Pharmazie **5**, 266 (1950). — [5] Wilson, C. W.: J. Amer. chem. Soc. **61**, 2303 (1939). — Tauböck, K.: Naturwissenschaften **30**, 439 (1942). — [6] Malyoth, G., u. H. W. Stein: Biochem. Z. **322**, 165 (1951); vgl. diese Z. **137**, 117 (1953). — [7] Partridge, S. M.: Nature (London) **164**, 443 (1949); vgl. diese Z. **135**, 209 (1952).

Dr. Erich Wegner, Tabakforschungsinstitut, Forchheim üb. Karlsruhe (Baden).

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen. Apparate und Reagenzien.

Literatur. Gerhard Jander und Hans Spandau: *Kurzes Lehrbuch der anorganischen und allgemeinen Chemie.* 5. Auflage, XII, 563 Seiten mit 169 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg 1952. Preis geb. DM 19,80.

Das weit verbreitete Lehrbuch[1] hat in der neuen Auflage eine gründliche Überarbeitung erfahren. Zunächst erfolgt die Benennung anorganischer Verbindungen grundsätzlich nach den Richtlinien der Internationalen Union für Chemie. Neu aufgenommen wurden die Kapitel über Katalyse und physikalische Untersuchungsmethoden als Hilfsmittel der anorganischen Chemie. Stärkere Veränderungen erfuhren die Abschnitte über Silicate, Radioaktivität, Metallcarbonyle, wasserähnliche Lösungsmittel; die Ausführungen über die Elemente der Nebengruppen des periodischen Systems wurden wesentlich erweitert. Schließlich wurde ein Abschnitt über Pulvermetallurgie dem Kapitel über die Reaktionen im festen Aggregatzustand eingefügt. Im übrigen ist die bewährte Anordnung der früheren Auflagen beibehalten worden. Es liegt somit ein Lehrbuch vor, das den neuesten Stand der chemischen Erkenntnisse wiedergibt und ausgezeichnet ist durch eine klare sprachliche Darstellung des Stoffes. Die Ausstattung ist vorzüglich, so daß das Buch in seiner neuen Auflage auch weiterhin weiteste Verbreitung finden wird. A. Gehring.

W. H. Westphal: *Kleines Lehrbuch der Physik ohne Anwendung höherer Mathematik.* 2. Auflage, VIII, 263 Seiten mit 283 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1953. Preis DM 12,60.

Gegenüber der ersten Auflage[2] liegt der neue Band bis auf kleine Zusätze nahezu unverändert vor. Für die magnetische Feldstärke wurde der allgemein gebräuchliche Buchstabe H und für die magnetische Induktion das Symbol B eingeführt.

---

[1] Besprechung früherer Auflagen vgl. diese Z. **119**, 422 (1940); **130**, 244 (1949/50).

[2] Vgl. diese Z. **129**, 384 (1949).

C. Gerthsen und M. Pollermann: *Einführung in das physikalische Praktikum zum Studium der Physik als Nebenfach.* 2. Auflage. VI, 107 Seiten mit 132 Abbildungen. Springer-Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1953. Preis brosch. DM 6,60.

In anschaulicher Weise erklären die Verfasser einfache Aufgaben für ein physikalisches Praktikum und erleichtern dem Leser das Verständnis zu ihrer Durchführung durch zahlreiche Abbildungen. Besonders sinnfällig ist das dem Anfänger stets schwer zugängliche Gebiet der Wechselstromtechnik dargestellt, so daß das Büchlein schon aus diesem Grunde weiteste Verbreitung finden möge.

H. Ewald und H. Hinterberger: *Methoden und Anwendungen der Massenspektroskopie.* 288 Seiten mit 133 Abbildungen. Verlag Chemie GmbH., Weinheim/Bergstr. 1953. Preis geb. DM 25,60.

Dieses hervorragende Werk führt den Benutzer, der sich mit den modernen Problemen der Massenspektroskopie befaßt, auf leicht verständliche Weise in dieses Gebiet ein, wozu noch die besonders klaren Abbildungen beitragen. Nach einem kurzen Überblick über die Entwicklung der Massenspektroskopie erfolgt die Besprechung der Ionenerzeugung, -optik, -nachweise sowie der heute üblichen Apparate, der Massen- und Häufigkeitsmessungen wie auch zahlreicher Anwendungen. Das Buch ist daher auch als Einführung in das Studium der Kernphysik wärmstens zu empfehlen.

W. L. Gore: *Statistical Methods for Chemical Experimentation.* XI, 210 Seiten, Quart-Format. Verlag: Interscience Publishers, Inc., New York, and Ltd., London 1952. Preis geb. $ 3,50.

Die bereits von Gauss begründeten statistischen Rechenverfahren aus den Gebieten der Wahrscheinlichkeitsrechnung finden erst in jüngster Zeit verbreitete Anwendung auf Probleme der reinen Chemie. Der Verfasser versucht den Leser in die Problemstellung an Hand zahlreicher Beispiele einzuführen, die sämtlich unter Zuhilfenahme übersichtlicher Diagramme durchgerechnet werden.

Aus dem Bändchen wird der auf einschlägigem Gebiet Tätige viele wertvolle Anregungen erhalten.

P. Beyersdorfer: *VAL — Praktisches Rechnen mit chemischen Äquivalenten.* 71 Seiten. Fachbuchverlag GmbH Leipzig 1952. Preis brosch. DM 1,80.

An Hand zahlreicher Beispiele aus dem Gebiet der Maßanalyse versucht der Verfasser dem Leser das Rechnen durch den Gebrauch der Äquivalentgewichte und des Begriffes „Val" zu erleichtern, so daß umständliche Rechnungen vermieden werden. Das Bändchen ist daher jedem Analytiker wärmstens zu empfehlen. O. Fuchs.

Die Begriffe der absoluten Empfindlichkeit und der praktischen Empfindlichkeit analytischer Reaktionen behandelt J. Gillis[1] unter Bezugnahme auf eine Arbeit von B. B. Cunningham[2]. Gillis weist darauf hin, daß die Erfassungsgrenze einer analytischen Reaktion nur dann eine konstante Größe ist, wenn alle Einzelheiten in der Durchführung der Reaktion gleichgehalten werden. An Hand einer Eichkurve, welche die Beziehung zwischen Stärke der Reaktion und der Konzentration der Lösung wiedergibt, wird gezeigt, daß die Erfassungsgrenze einem extrapolierten Minimalwert (der „absoluten Empfindlichkeit") entspricht, außerdem aber abhängig ist von dem Verhältnis zwischen Reaktionsschwelle und Neigungswinkel des linearen Kurventeils. Die letzten Größen sind maßgebend für die „praktische Empfindlichkeit", die für die analytische Chemie vorwiegend Bedeutung hat[3]. A. Kurtenacker.

[1] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 381 (1951). Univ. Gent (Belgien).
[2] Nucleonics **1949**, 64.
[3] Vgl. auch diese Z. **132**, 278 (1951); **135**, 297 (1952).

Ionenaustausch. Eine neue Vorschrift für die *Phosphatbestimmung in Erzen mittels Ionenaustausches* geben A. J. Goudie und W. Rieman III[1] auf Grund von neuen Untersuchungen über Fehlermöglichkeiten. In der früheren Vorschrift[2] benutzten die Autoren einen weniger wirksamen Austauscher (Amberlite IR 100) als jetzt, und sie vernachlässigten den Einfluß von CO_2. Durch unvollständige Elution von Fe(III) wurde außerdem ein positiver Fehler hervorgerufen. Um diesen Fehler auszugleichen, muß so vorgegangen werden, daß vor jedem Gebrauch der Austauscher Dowex 50 (100—200 Maschen, durch Schlämmen von feinen Teilen befreit) zur Regenerierung erst mit 125 ml m Diammoniumcitratlösung, dann mit 250 ml 6 m Salzsäure und danach mit 250 ml Wasser behandelt wird (bezogen auf 25 g). — *Vorschrift.* 400—450 mg Erz werden in einem bedeckten 150 ml-Becherglas mit 15 ml 12 m Salzsäure 30 min lang gelinde gekocht. Nach dem Eindampfen zur Trockne erhitzt man 1 Std auf 110° C. Dann werden erst 2 ml 6 m Salzsäure und danach 20 ml Wasser zugefügt. Nach der Auflösung filtriert man und wäscht mit Wasser, bis 65 ml Filtrat erhalten sind. Die Lösung wird mit einer Geschwindigkeit von 5 ml/min durch die Säule geschickt und diese ausgewaschen. Der 150 ml betragende Durchlauf wird mit 18 m NaOH-Lösung und m Salzsäure behandelt wie bei der *Einstellung der 0,1 n NaOH-Lösung:* Man bereitet 0,1 n NaOH durch Verdünnen der 18 n Lösung mit CO_2-freiem Wasser[3]. Um die Lösung einzustellen, wägt man etwa 350 mg KH_2PO_4 (1 Std bei 110° C getrocknet) ab, löst sie in 150 ml Wasser und fügt 2 ml 6 m HCl und 3 Tropfen 0,003 m Methylorangelösung hinzu. Bis zur Gelbfärbung fügt man tropfenweise 18 m NaOH zu und dann tropfenweise m HCl bis zur Rotfärbung. Man titriert potentiometrisch unter Benutzung eines p_H-Meters mit der 0,1 n NaOH-Lösung, wobei man in der Nähe von p_H 4,6 und 9,1 die Lauge in Mengen von je 0,2 ml zugibt. Als Endpunkte nimmt man diejenigen Bürettenablesungen, für die $\Delta^2 p_H$ Null ist. — Die Abweichungen der Analysenwerte betragen bei dieser Arbeitsweise etwa $\pm$ 0,02—0,03%.

Zur Herstellung von Normallösungen von Natronlauge mittels stark basischer Anionenaustauscher (Amberlite IRA 400 [p. a.]) aus Natriumchlorid geben J. Steinbach und H. Freiser[4] folgende Vorschrift: Eine Lösung von 2,922 g NaCl (p. a.) in 50—100 ml frisch ausgekochtem destilliertem Wasser wird durch eine (600 mm, 18 mm $\varnothing$)-Austauschersäule (4 ml/min) geschickt. Der Durchlauf und das ausgekochte Waschwasser (8 ml/min) werden in einem 500 ml-Meßkolben (mit Natronkalkrohr versehen) bis zur Marke aufgefangen. Für größere Mengen 0,1 n Natronlauge werden längere Säulen benutzt. — 40 g lufttrockener Austauscher werden mit verd. Salzsäure gewaschen (Entfernung von Carbonat). Dann wird der Austauscher mit Wasser gewaschen und mit 2 Liter n NaOH-Lösung (aus 18 n carbonatfreier Natronlauge bereitet) regeneriert. Danach wäscht man mit 2 Liter frisch ausgekochtem dest. Wasser. Die erzeugte Lauge enthält etwas Chlorid (etwa 0,0019 n). Es empfiehlt sich, den Austauscher gelegentlich mit verd. Salzsäure vor der eigentlichen Regeneration zu waschen, um eine Anhäufung von Carbonat darauf zu verhindern.

Eine schnelle und genaue *Trennung und Bestimmung der Alkalimetalle (Li, Na, K) in unlöslichen Silicaten mittels Ionenaustausch-Chromatographie* beschreiben R. C.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1067 (1952). Rutgers Univ., New Brunswick, N. J.

[2] Helrich, K., u. W. Rieman III, Analyt. Chemistry **19**, 651 (1947); vgl. diese Z. **133**, 206 (1951).

[3] Vgl. dazu Steinbach, J., u. H. Freiser, Analyt. Chemistry **24**, 1027 (1952); vgl. das folgende Referat.

[4] Analyt. Chemistry **24**, 1027 (1952). Univ. of Pittsburgh, Pittsburgh, Pa.

Sweet, W. Rieman III und J. Beukenkamp[1] unter Verwendung der Erfahrungen einer früheren Arbeit[2]. Die Säule ist 55 cm lang und hat einen Querschnitt von 4,6 cm². Sie wird mit „kolloidalem" Dowex 50 in der H-Form beschickt. — *Bestimmung von Na und K bei Abwesenheit von Li* (Vorschrift A). Etwa 1 g Silicat wird in einer Pt-Schale mit einigen Tropfen 0,7 m Salzsäure befeuchtet. Dann werden zugefügt: 2 ml 3 m Schwefelsäure, 5 ml 6 m Salzsäure und 10 ml 48%ige Flußsäure. Die Mischung wird eingedampft, ohne daß die Schwefelsäure siedet. Nach dem Abkühlen werden 5 ml 6 m Salzsäure zugefügt. Wenn noch nicht alles Silicat zersetzt ist, wird die Behandlung mit HF wiederholt. Schließlich wird die Lösung sorgfältig zur Trockne eingedampft und der Rückstand 15—20 min lang mit der vollen Flamme des Méker-Brenners unter dem Eindampfapparat nach Hillebrand erhitzt. Der abgekühlte und mit Wasser befeuchtete Rückstand wird mit 5 ml 6 m Salzsäure erwärmt. Die in ein 100 ml-Becherglas gebrachte Lösung wird mit 3 ml 3%igem H_2O_2 versetzt, dann zur Zerstörung von dessen Überschuß erhitzt und endlich zur Trockene eingedampft. Nach der Lösung des Rückstandes in 5—10 ml 0,7 m Salzsäure und Aufkochen der Lösung wird CdO in kleinen Anteilen bis zum bleibenden Überschuß (rotbraune Färbung des Niederschlages) zugefügt, wobei die Mischung in dauerndem Sieden bleiben soll. Die abgekühlte Mischung wird in einem 50 ml-Meßkolben zur Marke verdünnt. Nach der Filtration durch ein trockenes Filter unter Verwerfung der ersten Milliliter werden die folgenden 25 ml bis auf 5—10 ml eingedampft. Diese Lösung wird auf die Säule gebracht. Zur Trennung von Na und K läßt man nun 0,7 m Salzsäure mit einer Geschwindigkeit von 1,2 ml/min nachfolgen. Die ersten 280 ml des Eluates, alles Cd enthaltend, werden verworfen. Die nächsten 150 ml enthalten nur Natrium. Nachdem eine Fraktion (10 ml) reiner Salzsäure gefolgt ist, werden die folgenden 260 ml mit dem reinen Kalium gesammelt. Die das Na bzw. K enthaltenden Fraktionen werden eingedampft und, wie früher beschrieben, titriert[2]. (Man läßt 0,7 n Salzsäure noch so lange die Säule durchlaufen, bis alle Metallionen entfernt sind. Nach der K-Fraktion kommt eine 40 ml-Fraktion reiner Säure, dann 480 ml mit dem Mg, danach Ca. Wenn die 0,7 m Säure über Nacht die Säule passiert hat, ist diese wieder für eine neue Bestimmung brauchbar.)

Bestimmung von Li, Na und K. Man benutzt eine Säule von 37 cm Länge und 2,4 cm² Querschnitt mit dem gleichen Austauscher (120er Sieb) und eine Durchflußgeschwindigkeit von 0,6 ml/min. Die ersten 130 ml Eluat enthalten das Cd, die nächsten 50 ml das Li, dann folgen 60 ml mit dem Na, darauf 100 ml mit dem K und schließlich 90 ml reine HCl. Die Vorbereitung der Probe und die Titration der Alkalichloride erfolgen wie unter A. — Die Ergebnisse sind sehr gut. — Störungen können durch Ba und Pb hervorgerufen werden. Die Teilchengröße des Austauschers ist von erheblicher Bedeutung. Am wirksamsten erwies sich die Siebfraktion zwischen 80 und 120 Maschen des Musters 50572. Kugeliger Dowex 50 ist für chromatographische Trennungen weniger wirksam als der „kolloide". — Bei Verwendung von 2 Säulen kann ein Analytiker Doppelbestimmungen der 3 Alkalimetalle in einem unlöslichen Silicat in einem Tage ausführen, und hierbei bleibt noch beträchtlich freie Zeit beim Eindampfen und Eluieren.

Um Spuren von Lithium (0,5 μg) aus Calciumsalzen (bis 500 mg Ca) zu entfernen, in denen es fast immer enthalten ist, benutzt H. Hering[3] das Verhalten des Calciums, von einem Kationenaustauscher stärker als Lithium gebunden zu werden.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 952 (1952). Rutgers Univ., New Brunswick, N. J.

[2] Beukenkamp, J., u. W. Rieman III, Analyt. Chemistry **22**, 582 (1950); vgl. diese Z. **133**, 211 (1951).

[3] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 340 (1952). Commissariat à l'Energie Atomique, Paris.

Auf eine Säule mit 50 g Amberlite IR 100, die nach dem Einfahren mit 0,2 n Salzsäure beschickt wird, bringt man die 0,5 m Calciumsalzlösung auf und läßt sie durch entsprechende Stellung einer mit 0,2 n Salzsäure gefüllten MARIOTTEschen Flasche mit einer Fließgeschwindigkeit von etwa 0,8 ml/min durchlaufen. Mit der gleichen Geschwindigkeit läßt man noch 200 ml 0,2 n Salzsäure nachlaufen. Dieser Durchlauf enthält das gesamte Lithium und nur einige Mikrogramme Calcium. Die Säule wird mittels 2 Liter einer 4%igen Salzsäure vom Calcium befreit.

Eine einfache und wirksame Methode zur *Trennung von Thorium und Lanthan mittels Ionenaustausches* unter Anwendung radioaktiver Isotope (UX_1 22 d bzw. Radio-La 40 h) wurde von P. RADHAKRISHNA[1] ausgearbeitet. Das Gemisch der Nitrate wird auf eine mit Amberlite IR 100 (NH_4-Form) beschickte Säule gebracht. Durch eine 10%ige Citronensäurelösung, die mit Ammoniak auf p_H 3 eingestellt wird, eluiert man zuerst das Lanthan. Thorium wird dann mit Hilfe von 6 n Schwefelsäure herausgelöst. Die Trennung, die durch radioaktive Messung verfolgt wird, ist vollständig, und das Verfahren kann auf alle seltenen Erdmetalle angewendet werden.

Einige Anwendungen der Ionenaustauscher auf die Analyse von Industriewässern beschreibt J. W. MCCOY[2]. Amberlite IR 100 (Kationenaustauscher) und Amberlite IRA 400 (Anionenaustauscher) werden in üblicher Weise vorbereitet. Die Beispiele erstrecken sich auf die Bestimmung von 1. Metaphosphat, Orthophosphat, Silicat und Sulfat in Gegenwart von Chromat, 2. Calcium und Magnesium in Gegenwart von Chromat und dreiwertigem Chrom und 3. Kupfer, Eisen, Calcium und Magnesium. — 1. 200 ml Probe werden in ein Becherglas abgemessen und mit konz. Salzsäure gegen Lackmus neutralisiert. 2 Tropfen Säure werden im Überschuß zugefügt. Nach dem Zusatz von etwa 0,2 g Hydroxylammoniumchlorid rührt man die Probe gut um, läßt sie 5 min stehen und filtriert durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Becherglas. Die Säule mit dem Kationenaustauscher (in der H-Form) wird dreimal mit je 10 ml dieser reduzierten Lösung durchgespült, um eine Verdünnung der Probelösung mit dem in der Säule vorhandenen Wasser zu vermeiden. Dann wird ein aliquoter Teil der 200 ml-Probe durch die Säule gegeben und in dem in einem trockenen Gefäß gesammelten Durchlauf die Bestimmung der Anionen nach bekannten Verfahren ausgeführt. (Bei der Reduktion des Chromates durch Hydroxylamin sättigt sich die Lösung mit dem dabei entstehenden Stickstoff. Während der Filtration entweicht dieser aus der Lösung.) — 2. Zur abgemessenen, notfalls filtrierten 200 ml Probe gibt man 4—5 Plätzchen Kaliumhydroxyd und erhitzt die Mischung zum Sieden. Nach Zusatz von etwa 0,2 g Natriumperoxyd (zur Oxydation des dreiwertigen Chroms zu Chromat) erhitzt man noch 10 min zwecks Zerstörung des Überschusses an Peroxyd. Die abgekühlte Lösung wird mit Salzsäure gegen Lackmus neutralisiert, und 2 Tropfen Säure werden im Überschuß zugefügt. Die Lösung wird mit dest. Wasser auf 200 ml aufgefüllt und wie unter 1. beschrieben, hier aber über den Anionenaustauscher (in der Cl-Form) filtriert. Im Durchlauf werden Calcium und Magnesium mit Versenat-(Äthylendiamintetraacetat-)Lösung titriert[3]. — 3. 200 ml Probe werden gemessen und filtriert, falls sie nicht klar sind. Die Anionenaustauschersäule wird, wie zuvor beschrieben, ausgespült und dann der Rest der Probe hindurchfiltriert. Im Durchlauf werden

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 351 (1952). Inst. du Radium, Lab. Curie, Paris.

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 259 (1952). Standard Oil Comp. of California, Richmond, Calif. (USA).

[3] H. DIEHL, C. A. GOETZ u. C. C. HACH, Amer. Water Works Assoc. **42**, 40 (1950). J. D. BETZ u. C. A. NOLL, Amer. Water Works Assoc. **42**, 49 (1950); vgl. u. a. diese Z. **134**, 214, 215 (1951/52); **136**, 387 (1952); **137**, 454, 455 (1952).

Kupfer und Eisen bestimmt. Zur Calcium- und Magnesiumbestimmung gibt man zu der Probe (200 ml) etwa 50 mg Kaliumcyanid, rührt gut um und läßt die Lösung durch den Anionenaustauscher laufen, nachdem er wie zuvor ausgespült ist. 50 bis 100 ml des Durchlaufes werden nach Zusatz von 2 Tropfen Salzsäure unter dem Abzuge etwa 5 min gekocht. Nach dem Abkühlen werden Calcium und Magnesium mit Versenat bestimmt. — Zum Regenerieren des Anionenaustauschers nach der Verwendung von Cyanid behandelt man ihn am besten zuerst mit gesättigter Natriumchloridlösung. Nach dem Auswaschen mit Wasser wird er dann mit verd. Salzsäure wieder in die Chlorid-Form übergeführt. Die nach dem hier beschriebenen Verfahren erhaltenen Ergebnisse stimmen gut mit denen nach konventionellen Methoden überein.

Zur *Bestimmung des Endpunktes bei der Titration von Chloriden* wird von R. R. Goodall und N. Mellor[1] ein Silberstab benutzt, der in eine wäßrige Suspension eines zum Teil in die Silberform übergeführten Kationenaustauschers eintaucht. Dieses Halbelement hat eine bedeutende Reservekapazität, durch welche die Silber-Ionenkonzentration auf einer bestimmten Höhe gehalten werden kann. Es eignet sich deshalb für Reihenbestimmungen. Es ist aber empfehlenswert, das Halbelement, das eine Lebensdauer von über 1 Jahr hat, alle 14 Tage nachzueichen.

Abb. 1.

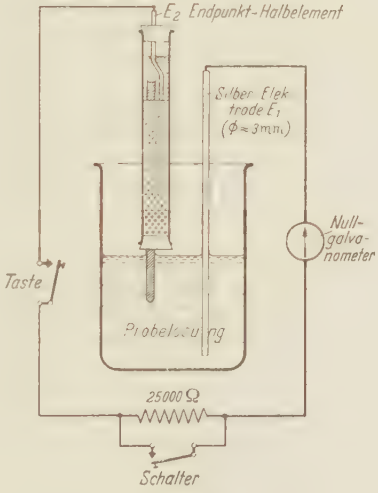


Abb. 2.

Abb. 1. Halbelement zur Chloridtitration nach Goodall u. Mellor.
Abb. 2. Schaltung zur Titration nach Goodall u. Mellor.

weil seine EMK allmählich absinkt. *Herstellung des Halbelementes.* Der Kationenaustauscher (Zeocarb 225, Permutit Co. Ltd.) wird in üblicher Weise in die H-Form gebracht und sorgfaltig chloridfrei gewaschen. 50 g des vorbereiteten Austauschers werden in 100 ml Wasser suspendiert. Man führt einen gereinigten Silberdraht (Reinigung siehe unten) und einen mit Kaliumsulfat gefüllten, zur gesättigten

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) 6, 373 (1952). Imp. Chem. Ind. Ltd., Manchester (England).

Kalomelelektrode führenden Heber ein. Unter starkem Rühren titriert man langsam mit 0,1 n $AgNO_3$-Lösung. Nach Zusatz von 3 ml mißt man die EMK der Kette, wobei nötigenfalls 5 min bis zur konstanten Potentialeinstellung gewartet werden muß. Man titriert mit 0,3 ml betragenden Zusätzen weiter, bis ein stetiges Potential von 280 ± 2 mVolt erreicht ist. Der Austauscher wird in brauner Flasche aufbewahrt. Man bereitet (stets frisch) außerdem eine Silberlösung (1,35 ml 1,5 m HNO_3 und 0,05 ml 0,1 n $AgNO_3$ zu 200 ml Wasser) und eine Agarlösung (6 g Agar über Nacht quellen lassen, in 100 ml Wasser unter Erwärmen auf dem Wasserbade auflösen und 12 g K_2SO_4 in der Flüssigkeit lösen). — Ein Glasrohr (140 × 3 mm) wird an einem Ende zu einem Loch von 1 mm ∅ verjüngt und durch Saugen mit der geschmolzenen Agarlösung gefüllt. Durch schnelles Abkühlen wird der Agar wieder verfestigt. Die übrige Anordnung des Halbelementes ist aus Abb. 1 zu entnehmen. Das fertige Halbelement muß immer aufrecht in einer braungefärbten Flasche mit der Spitze der Brücke in gesättigter K_2SO_4-Lösung aufbewahrt und die Silberlösung von Zeit zu Zeit ergänzt werden. Zur *Reinigung des Silberdrahtes* legt man ihn in eine warme Lösung aus 2 ml 0,5 n $NaNO_2$, 5 ml 1,5 m HNO_3 und 15 ml Wasser bis zum gelinden Gasen. Zur *Titration* dient die in Abb. 2 gezeigte Anordnung. R. Klement.

Über schwerlösliche Komplexverbindungen mit Thioharnstoff und ihre Anwendung in der Analyse berichten K. B. Jacimirskij und A. A. Astaševa[1]. Die Bildung von Thioharnstoff-Komplexkationen und deren Fällung mit großen Anionen ermöglicht die Feststellung von Kationen, welche die Neigung zur Bildung beständiger Donor-Acceptor-Bindungen besitzen. Von dreiwertigen Ionen kann man auf diesem Wege nur Bi bestimmen, das den größten Wert der kovalenten Charakteristik (K = 290) besitzt. Aus den Lösungen der zweiwertigen Ionen werden bei Überschuß von Thioharnstoff nur solche Komplexe mit großen Anionen gefällt, die eine kovalente Charakteristik über 150 kcal haben. Obgleich Zn^{++} mit K = 136 kcal eine komplexe Verbindung mit Thioharnstoff in wässriger Lösung bildet, werden diese Komplexe jedoch mit großen Anionen, wahrscheinlich infolge ihrer Unbeständigkeit, nicht gefällt. Alle einwertigen Ionen, welche auf den letzten Hüllen 18 oder 18+2 Elektronen enthalten, besitzen hohe Werte der kovalenten Charakteristik und können als Thioharnstoffkomplexe mit großen Anionen festgestellt werden. Die erhaltenen Verbindungen besitzen charakteristische kristalline Formen und können zum mikrokoskopischen Nachweis der Kationen herangezogen werden. — *Wismut.* Man versetzt eine Lösung von Wismutnitrat mit Thioharnstoff und gibt zu der gelben Lösung Ammoniumtetrarhodandiaminchromat (III) (A) zu, wobei sternförmige Kristalle von der Zusammensetzung $[Bi(CSN_2H_4)_6][Cr(NH_3)_2(SCN)_4]_3$ ausfallen. Bei Zugabe von Ammoniumtetranitrodiamincobaltat (III) wird kein Komplexsalz gebildet. Pikrat-Ion und A fällen basische Salze von Wismut aus konzentrierten Lösungen in Abwesenheit von Thioharnstoff. — *Quecksilber.* Bei Zugabe von Kaliumpikratlösung zu einem Gemisch von Quecksilbernitratlösung und Thioharnstoff werden feine Kristalle von der Zusammensetzung $[Hg(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$ gebildet. — *Cadmium.* Cadmiumsalze bilden mit Thioharnstoff genügend beständige Komplex-Ionen, welche mit Pikrat und A gefällt werden können. Mit Pikrat werden nadelförmige Kristalle der Zusammensetzung $[Cd(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$ mit A Kristalle von der Zusammensetzung $[Cd(CSN_2H_4)_4][Cr(NH_3)_2(SCN)_4]_2$ gebildet. — *Blei.* Bei Fällung mit Pikrat entstehen schwachgelbe Kristalle von der Zusammensetzung $[Pb(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$. — *Thallium.* Beim Fällen mit Pikrat werden lange nadelförmige Kristalle von der Zusammensetzung $[Tl(CSN_2H_4)](C_6H_2N_3O_7)$ gebildet. — *Silber.* Mit Pikrat und Thioharnstoff fallen

[1] Ž. anal. Chim. 7, 43 (1952) [Russisch].

Kristalle von der Zusammensetzung $[Ag(CSN_2H_4)_2](C_6H_2N_3O_7)$. Der Nachweis wird durch Halogenide nicht gestört. Beim Fällen des Komplex-Ions $[Ag(CSN_2H_4)_2]^+$ mit Tetranitrodiaminkobalt(III) werden büschelförmige Kristalle gebildet: $[Ag(CSN_2H_4)_2]\,[Co(NH_3)_2(NO_2)_4]$. Bei Thioharnstoffüberschuß löst sich der gebildete Niederschlag infolge Bildung von Komplex-Ionen mit höherer Koordinationszahl. Die Bestimmung wird durch Cu^{++} gestört. — *Kupfer.* Die Fällung erfolgt mit Pikrat in Form feiner Kristallbüschel von der Zusammensetzung $[Cu(CSN_2H_4)_3]\,(C_6H_2N_3O_7)$. — Alle Reaktionen werden in neutraler oder schwachsaurer Lösung durchgeführt, da in alkalischer Lösung die entsprechenden Metalle als Sulfide ausfallen.

Empfindlichkeit der obigen Reaktionen.

Metall	Fällung als	Grenzkonzentration	Erfassungsgrenze μg
Bi	$[Bi(CSN_2H_4)_6][Cr(NH_3)_2(SCN)_4]_3$	1:18000	0,17
Hg	$[Hg(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$	1:35000	0,086
Cd	$[Cd(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$	1:91000	0,033
	$[Cd(CSN_2H_4)_4](Cr(NH_3)_2(SCN)_4]_2$	1:135000	0,022
Pb	$[Pb(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)_2$	1:3200	1,43
Tl	$[Tl(CSN_2H_4)_4](C_6H_2N_3O_7)$	1:87000	0,035
Ag	$[Ag(CSN_2H_4)_2](C_6H_2N_3O_7)$	1:1500000	0,0027
	$[Ag(CSN_2H_4)_2]\,[Co(NH_3)_2(NO_2)_4]$	1:9300	0,43
Cu	$[Cu(CSN_2H_4)_3](C_6H_2N_3O_7)$	1:43000	0,069

A. Trofimow.

Reaktionen auf gasförmige Stoffe, nämlich auf *Ammoniak, Schwefelwasserstoff, Arsen-, Antimon- und Phosphorwasserstoff* überprüften H. Malissa, A. Musil und R. Kreibich[1] mit Hilfe des Gasanalyseapparates von H. Malissa[2]. In die Nachweiskammer des Apparates kommen die mit dem Reagens getränkten Filterscheibchen.

Tabelle 1.

Verbindung	Nachweis mit	D_a	Verbindung	Nachweis mit	D_a
NH_3	$Mn(NO_3)_2 + AgNO_3$	6,4	AsH_3	Silbernitratlösung (1:1)*	6,3
	Lackmus	6,1		Silbernitratlösung (1:4)*	7,0
	Quecksilber(I)-nitrat	5,1		Silbernitratlösung (1:4)**	5,0
	$AgNO_3$ + Formaldehyd	5,8		Silbernitratlösung (1:4)***	7,0
H_2S	Kaliumantimonyltartrat	5,7		Quecksilber(II)-chlorid*	5,7
	Bleiacetat	6,2		Goldchlorid*	7,3
	Bleinitrat	6,0	SbH_3	Silbernitratlösung (1:4)	5,3
	Cadmiumacetat	5,1		Goldchlorid	5,4
			PH_3	Silbernitratlösung (1:4)	4,3
				Goldchlorid	4,3

* AsH_3 mit Zn + H_2SO_4 entwickelt, ** AsH_3 mit Aluminiumspänen + Natronlauge entwickelt, *** AsH_3 mit Aluminium + Lauge in Gegenwart von $TiCl_3$-Lösung entwickelt.

[1] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 385 (1951). Univ. Graz.

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 213 (1951); vgl. diese Z. **136**, 376 (1952).

Die zu untersuchenden Lösungen befinden sich in dem Reaktionsgefäß, die Gase werden entwickelt aus Ammoniumsalz mit Lauge, aus Sulfidlösung mit verdünnter Säure, aus Arsen(III)-, Antimon(III)- und Phosphitlösungen mit Zink und Schwefelsäure. Die Säurekonzentration muß besonders bei Untersuchung der Antimonlösung groß sein, da in schwach saurer Lösung ein großer Teil des Antimons metallisch abgeschieden wird. In einigen Versuchen wurde AsH_3 auch mit Aluminium in NaOH-Lösung entwickelt. Durch Anlegen eines Vakuums wird für vollständiges Austreiben des Gases aus dem Reaktionsgemisch und Hinleiten zu dem Reagenspapier gesorgt. Die untersuchten Reaktionen und die festgestellten Empfindlichkeiten sind in Tab. 1 zusammengestellt. Zur Kennzeichnung der Empfindlichkeiten sind die D_p-Werte nach H. Malissa [1] angegeben. Es sind dies die negativen Logarithmen der Verdünnungsgrenzen. Im allgemeinen können die verschiedenen Stoffe mit Hilfe der neuen Versuchstechnik empfindlicher nachgewiesen werden als auf die bisher übliche Art. In der Originalarbeit sind die einzelnen Nachweisreaktionen eingehend beschrieben. A. Herrmann.

In Fortführung der vorstehenden Versuche untersuchten A. Musil, H. Malissa und R. Kreibich [2] die Möglichkeit, in Proben gemeinsam vorhandene Stoffe nebeneinander nach Überführung in Gas nachzuweisen. *Der Nachweis von Ammoniak neben Arsenwasserstoff* gelingt, indem man das Spritzröhrchen des Gasanalyseapparates mit der zu untersuchenden Probe beschickt, in die Nachweiskammer ein mit Mangan-Silbernitratlösung getränktes Filterscheibchen bringt und die Probe in dem Spritzröhrchen mit einigen Tropfen 2 n Natronlauge alkalisch macht. Man erwärmt 3 min auf dem Wasserbade, läßt dann das Vakuum solange angelegt, bis sich das Kondensat wieder verflüchtigt hat und prüft schließlich das Reagenspapier auf Schwärzung. Dann führt man ein mit 20%iger $AgNO_3$-Lösung getränktes Filterscheibchen in die Nachweiskammer ein, versetzt die Probelösung mit einigen Körnchen Zink und konzentrierter Schwefelsäure, evakuiert nach beendeter Wasserstoffentwicklung und prüft das Reagenspapier dann wieder auf Schwärzung. Es ergaben sich die Empfindlichkeiten: $D_p^{NH_3} = 6{,}0$; $D_p^{As} = 6{,}7$. — Die Gefäßwände des Apparates sind vor jedem neuen Versuch mit sehr verdünnter Natronlauge zu waschen. — *Nachweis von Ammoniak, Arsenwasserstoff (aus As^{III} und As^{V}), Antimonwasserstoff und Phosphorwasserstoff nebeneinander.* Zunächst wurde festgestellt, daß man Arsen(III) durch Reduktion mit Zink oder Aluminium in alkalischem Medium selektiv nachweisen kann. Am besten eignet sich zur Reduktion eine aus Streifen von Zink- und Platinfolie zusammengedrehte Spirale, die mit Lauge rasch Wasserstoff entwickelt. Vorhandenes Antimon wird quantitativ als Metall niedergeschlagen und ist als schwarzer Belag auf dem glänzend weißen Platin sicher und empfindlich zu erkennen. Es bildet sich keine Spur von SbH_3. Arsen wird zum großen Teil zu AsH_3 reduziert, der Rest bleibt in der Lösung in Form von Flocken schweben und stört den Sb-Nachweis nicht. — *Gesamtanalyse.* Man weist Ammoniak wie oben nach. Dann wirft man die Spirale aus Zn- und Pt-Folie in die alkalische Lösung der Probe, erkennt den aus As^{III} entstandenen Arsenwasserstoff an der Schwärzung von $AgNO_3$-Papier und das Antimon wie angegeben. Dann säuert man die Probelösung mit wenig konzentrierter Schwefelsäure an, erwärmt mit 1 Tropfen 10%iger $TiCl_3$-Lösung zur Überführung von As^{V} in As^{III} und weist dieses wie vor nach. Empfindlichkeiten: $D_p^{NH_3} = 6{,}0$; $D_p^{As\,III} = 6{,}0$; $D_p^{As\,V} = 5{,}5$; $D_p^{Sb} = 5{,}0$. Jeder Bestandteil kann neben der 1000fachen Menge der anderen erkannt werden. — Die

[1] Vgl. diese Z. **132**, 278 (1951).

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 403 (1951).

von R. Fischer und T. Langhammer[1] angegebene Methode zum Nachweis von Arsen und Antimon nebeneinander, die so durchgeführt werden soll, daß man Arsen mit Aluminium und Natronlauge als AsH_3 entwickelt und in der verbleibenden Lösung nach Oxydation der phosphorigen Säure mit H_2O_2 das Antimon durch Einwirkung von Zink und Schwefelsäure in SbH_3 überführt, ist nach den Versuchen von Musil u. Mitarb. für den Sb-Nachweis unbrauchbar. Das Antimon wird tatsächlich zu Metall und nicht zu SbH_3 reduziert. A. Herrmann.

Einen Mikromanipulator zur Untersuchung von Gammamengen beschreiben T. Brindle und C. L. Wilson[2]. Eine schwere Grundplatte trägt einen größeren, seitlich verschiebbaren, in jeder Stellung mit zwei Schrauben zu befestigenden Schlitten. Auf diesem bewegt sich eine zweite Plattform mit durch eine dritte Schraube betätigtem, feinerem Quertrieb, die wiederum eine mittels eines vierten Feingewindes drehbare Scheibe (platform) trägt. Auf dieser ist der Oberbau befestigt; sie dreht sich unabhängig von der zweiten Plattform. Außerdem ist eine vertikale Verschiebung des Oberbaues vorgesehen. Eine fünfte Schraube stellt einen weiteren Quer-Feintrieb dar, mit dem die Spitze der auf dem Mikromanipulator befestigten Mikropipette einreguliert werden kann. Letztere wird mit Hilfe einer Mikrometer-Injektionsspritze[3] geregelt. (Einzelheiten sind im Original nachzulesen.) Die Mikropipette wird mit Hilfe des Manipulators in die Reaktionsgefäße eingeführt, die auf dem drehbaren Tisch eines schwach vergrößernden Mikroskopes befestigt sind. Brodersen.

Der Titriertisch mit eingebauter Beleuchtungs- und Rührvorrichtung, den W. Schöniger[4] beschreibt, ermöglicht wegen der stets gleichbleibenden Beleuchtungsverhältnisse die genaue Durchführung von Titrationen mit Farbstoffindicatoren. Der Tisch ist so gebaut, daß der Analytiker beim Titrieren sitzen kann. Im unteren Teil des Tisches können die Vorratsflaschen für die Normallösungen aufbewahrt werden. Ein um 10 cm voran vorstehender, 20 cm hoher Aufsatz hat 2 Laden, deren eine zur Aufbewahrung der Pipetten dient, während sich im Bereiche der anderen eine Rührvorrichtung befindet, bestehend aus Motor mit Welle und 3 damit durch Reibung angetriebenen, unmittelbar unter der Tischplatte aus Glas laufenden Magneten. Dadurch wird ein bequemes Rühren der Titrationsflüssigkeit ermöglicht. Die Unterteilung eines weißen Glasbelages der Tischplatte und der Rückwand gestattet bei Bedarf leicht das Einschieben schwarzer Scheiben. Die Wand hinter den Büretten — der Tisch steht nicht unmittelbar vor einem Fenster — ist weiß gestrichen. Eine 120 cm lange Leuchtstoffröhre „Philips TL 40 Tageslicht" erlaubt in ihrer Anordnung ein Titrieren mit Auflicht ohne zu blenden, eine mit einem Schirm bekleidete Röhre beleuchtet die Büretten. Auf diesem Titriertische lassen sich 6 Mikrobüretten mit 1000 ml-Vorratsflaschen aufstellen. A. Herrmann.

II. Chemische Analyse anorganischer Stoffe.

Die Bestimmung von Eisen, Chromat, Vanadat, Jod, Jodat, Bromat und Cyanoferrat(III) mit Hilfe stannometrischer Verfahren beschreiben Z. G. Szabó und Edith Sugár[5]. Die verwendete 0,1 n Zinn(II)-chloridlösung wird durch Kohlensäure vor

[1] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **34**, 203 (1949); vgl. diese Z. **131**, 376 (1950).

[2] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **39**, 310 (1952). The Queens Univ., Belfast (Nord-Irland).

[3] El-Badry, H. M., und C. L. Wilson, Royal Inst. Chem. Monog. 4, 23 (1950).

[4] Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta (Wien) **38**, 456 (1951). Univ. Graz.

[5] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 293 (1952). Univ. Szeged, Ungarn.

Berührung mit Luft geschützt und dadurch monatelang haltbar gemacht. Sie wird auf Kaliumjodat oder Kaliumbromat gestellt. Eine Vorschrift zur stannometrischen Eisenbestimmung wurde schon früher gegeben[1]. Sie wird durch weitere Versuche gestützt. *Dichromatbestimmung.* 20 ml Dichromatlösung mit einem Gehalt, der 50–150 mg $K_2Cr_2O_7$ entspricht, versetzt man mit 8 ml konz. Salzsäure, 3 Tropfen Diphenylaminlösung und einigen Marmorstückchen und titriert bis zum Farbumschlag nach Grün. *Vanadatbestimmung.* 20 ml Vanadatlösung, deren Gehalt 50–250 mg NH_4VO_3 entspricht, versetzt man in einer enghalsigen Flasche mit 10 ml konz. Salzsäure, 3 Tropfen Diphenylaminlösung und etwa 2 g Calciumcarbonat und titriert bis zum Farbumschlag nach Grün. *Jodbestimmung.* 20 ml Jodlösung versetzt man in einer enghalsigen Flasche mit 3 ml 2 n Salzsäure, titriert auf schwach Gelb, fügt Stärkelösung zu und titriert aus. *Jodatbestimmung.* 20 ml Jodatlösung, die mehr als 30 mg Kaliumjodat enthält, versetzt man mit 2 ml konz. Salzsäure und titriert unverzüglich bis die sich zunächst vertiefende Gelb- bis Braunfärbung fast verschwunden ist, fügt Stärkelösung zu und titriert aus. *Bromatbestimmung.* Sie kann erfolgen, indem man die mit Salzsäure versetzte Bromatlösung in einem eng- und langhalsigen Kolben auf Entfärbung titriert, oder indem man das durch Bromat aus saurer Jodidlösung entbundene Jod bestimmt. *Bestimmung von Cyanoferrat(III).* 20 ml Probelösung, die wenigstens 250 mg $K_3Fe(CN)_6$ enthält, versetzt man mit 8 ml konz. Salzsäure und einigen Marmorstückchen und titriert, bis die grünliche Lösung nach einem reinen Blau umgeschlagen ist. Der relative Fehler der verschiedenen Bestimmungen übersteigt nicht 0,5%. R. Lang.

Das Bestimmungsverfahren von Kalium durch Fällung als Kaliumsilberkobaltnitrit, $K_2AgCo(NO_2)_6$, wurde von E. M. Chenery[2] gegenüber der Arbeitsweise von B. Klein und M. Jacobi[3] so weit verbessert, daß bis zu 1000 µg K statt 200 µg bei Klein und Jacobi genau erfaßt werden können. Die Verbesserungen bestehen hauptsächlich darin, daß 0,04 m $AgNO_3$-Lösung statt Wasser als Waschflüssigkeit verwendet wird und daß dem Silbernitrat-Fällungsreagens ein oberflächenaktiver Stoff „Teepol" (Shell) zugefügt wird, der das Kriechen und Festhaften des Niederschlages an den Glaswänden vollständig verhindert. An Stelle der von Klein und Jacobi verwendeten Titration des Niederschlages mit Cer(IV)-sulfat wird das Kobalt im Niederschlag colorimetrisch bestimmt. — *Ausführung.* Man versetzt die ammoniakfreie Probelösung, die 10 bis 1000 µg Kalium in 2 ml enthält, mit 2 ml gepufferter $AgNO_3$-Lösung (s. unten), mischt und fügt 6 Tropfen frischbereiteter 12,5%iger Natriumkobalt(III)-nitritlösung derart zu, daß nach dem 1., 2., 4. und 6. Tropfen umgeschwenkt wird. Danach läßt man 15 min bei 15—30° C stehen, zentrifugiert anschließend 3 min mit 3000 U/min, dekantiert, läßt 2 min abtropfen und wischt den Innenrand des Glases mit Filterpapier aus. Man fügt dann 2 ml 0,04 m $AgNO_3$-Lösung als Waschflüssigkeit zu, schüttelt durch, zentrifugiert und behandelt weiter wie vor. Hierauf gibt man zum Rückstand 2—3 Tropfen 2 n Schwefelsäure, erwärmt im siedenden Wasserbad, eventuell über freier Flamme bis zur klaren Lösung, kühlt und versetzt mit 5 ml Ammoniumthiocyanatlösung (s. unten) für je 340 µg anwesendes Kalium. Die blaue Farbe wird innerhalb einer halben Stunde im photoelektrischen Absorptiometer gemessen. Im verschlossenen Rohr bleibt die Farbe aber wenigstens 48 Std unverändert. Der

[1] Z. Szabó und E. Sugár, Analyt. Chemistry **22**, 361 (1950); vgl. diese Z. **132**, 142 (1951).

[2] Analyst (London) **77**, 102 (1952). Agric. Res. Station Kawanda, Kampala Uganda, B. E. A.

[3] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 687 (1940).

Kaliumgehalt wird der wie üblich hergestellten Eichkurve entnommen. — *Gepufferte $AgNO_3$-Lösung.* Man löst 17 g Silbernitrat in einem Gemisch von 1100 ml 0,2 n Natriumacetat- und 600 ml 0,2 n Essiglösung, versetzt mit 5 ml „Teepol", filtriert und füllt auf 2000 ml auf. — *Ammoniumthiocyanatlösung.* Eine filtrierte Lösung von 5 g Ammoniumthiocyanat in 50 ml Wasser wird mit Aceton auf 100 ml ergänzt. An Stelle von Aceton ist besonders für die Tropen das weniger flüchtige Äthylmethylketon zu empfehlen. Man löst 5 g NH_4SCN in diesem Falle in 60 ml Wasser und mischt mit 40 ml Keton. W. Gottwald.

Die Trennung von Silber und Kupfer durch Elektrolyse aus ammoniakalischer Lösung verbesserten H. Diehl und J. P. Butler[1] gegenüber W. L. Miller[2] dadurch, daß sie bei konstantem Kathodenpotential (−0,24 V gegen die gesättigte Kalomelelektrode) elektrolysieren und während der Elektrolyse einen Sauerstoffstrom durch die Lösung leiten, um die Abscheidung von Silberflocken in der Flüssigkeit zu verhindern. Die elektrolytische Bestimmung des Kupfers in der von Silber befreiten Lösung kann bei erhöhter Spannung unmittelbar aus der ammoniakalischen Lösung erfolgen, wenn keine weiteren reduzierbaren Metalle zugegen sind. Reduziert man zunächst den blauen Tetramminkupfer(II)-komplex mit Hydroxylaminhydrochlorid zu dem farblosen Diamminkupfer(I)-Komplex, so scheidet sich das Kupfer aus der ammoniakalischen Lösung rasch und in ausgezeichneter Beschaffenheit ab. Vor Unterbrechung der Elektrolyse neutralisiert man mit Salzsäure, um Kupferverluste durch Wiederauflösung während des Waschens zu vermeiden. In Anwesenheit von Cadmium, Zink und anderen Metallen muß die Kupferelektrolyse aus saurer Lösung erfolgen. *Verfahren.* Zur Durchführung der Silberelektrolyse dient der Apparat zur automatischen Konstanthaltung des Kathodenpotentials von H. Diehl[3]. Die Elektroden sind konzentrische Platinnetzelektroden, in deren Achse ein Glasrührer angeordnet ist. Sauerstoff wird in Richtung der Achse des Anodenzylinders durch ein Glasrohr mit Glasfritte in fein verteilter Form in die Lösung eingeleitet. — *Silber.* Die Lösung von 0,4—0,7 g Probe in 6 ml Salpetersäure (1:1) bringt man in einem 300 ml-Becherglas zu ruhigem Sieden. Nach Vertreiben der nitrosen Gase verdünnt man mit Wasser auf etwa 150 ml, setzt 8 ml konzentriertes Ammoniak zu und leitet den Sauerstoffstrom mit einer Geschwindigkeit von 8—10 ml/min ein. Unter maßigem Rühren elektrolysiert man 25 min unter Einstellung des Kathodenpotentials auf −0,24 Volt gegen die gesättigte Kalomelelektrode. Nach Beendigung der Elektrolyse nimmt man die Platinelektrode unter Abspülen aus der Lösung, trocknet bei 110° C und wägt. — *Kupfer (in Abwesenheit anderer Metalle).* Man entfernt die mit verdünnter Salpetersäure abgespülte Gaseinleitungsröhre, fügt 2 g Hydroxylaminhydrochlorid zur Lösung und elektrolysiert 20—25 min unter Rühren bei 3,0 Amp. ohne Kontrolle des Kathodenpotentials. Am Ende neutralisiert man die Lösung bis etwa p_H 8 durch vorsichtigen Zusatz von 2—3 ml konzentrierter Salzsäure so, daß die Kathode von der Säure nicht benetzt wird, nimmt die Elektrode unter Abspülen aus der Lösung, trocknet bei 110° C und wägt. — *Kupfer (neben Cadmium, Zink).* Man säuert mit 7 ml konzentrierter Salpetersäure an, setzt 1 g Hydroxylammoniumsulfat zu und elektrolysiert 25 min unter Rühren bei 2 Amp ohne Potentialkontrolle. Schließlich wird wieder ohne Stromunterbrechung gewaschen, bei 110° C getrocknet und gewogen. In der Lösung bestimmt man dann Cadmium und Zink in üblicher Weise. H. Zellner.

[1] Analyst (London) **77**, 268 (1952). Iowa State College, Iowa, USA.

[2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **8**, 431 (1936); vgl. diese Z. **112**, 268 (1938).

[3] Diehl, H.: „Elektrochemical Analyses with Graded Cathode Potential Control", G. F. Smith Chemical Co., Columbus, Ohio, 1948.

Calcium läßt sich weitgehend selektiv bestimmen, wenn man es nach R. Přibil und L. Fiala[1] aus schwach saurer mit Acetat gepufferter, Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon III) enthaltender Lösung mit Ammoniumoxalat ausfällt und schließlich in der üblichen Weise als Oxyd oder Sulfat wägt. In dem gekennzeichneten Medium sind die meisten Schwermetalle im Gegensatz zu Calcium durch Komplexon koordinativ so fest gebunden, daß sie durch Oxalat nicht gefällt und auch durch Calciumoxalat nicht mitgerissen werden. Die Calciumbestimmung macht deswegen auch keine vorangehenden Trennungen nötig. — *Arbeitsvorschrift.* Man verdünnt die schwach saure Calciumlösung auf 200 ml, neutralisiert mit Ammoniak auf p_H 4, fügt 10 bis 25 ml Acetatpufferlösung (120 ml Eisessig mit 200 ml 20%igem Ammoniak und 200 ml Wasser) und viel 5%ige Komplexon III-Lösung zu, erhitzt zum Sieden und fällt mit 5%iger siedender Ammoniumoxalatlösung. Nach 6 Std (die Fällung ist schon nach 3 Std quantitativ) filtriert man, verbrennt im Porzellantiegel und überführt in bekannter Weise in Sulfat, das man wägt. Calciumbestimmungen dieser Art in Gegenwart von Pb, Hg, Bi, Cu, Cd, As^{III}, As^{V}, Sb^{III}, Sb^{V}, Fe^{III}, Cr^{III}, Al, Ti, Be, U, Ce, Th, Ni, Co, Zn, Mg und Phosphorsäure waren befriedigend. Th erfordert die Einstellung der Lösung auf p_H 5. In Gegenwart von Phosphorsäure dürfen keine Schwermetalle vorhanden sein, die in saurer Lösung schwer lösliche Phosphate bilden. In Gegenwart von Mo und W alkalisiert man nach Zugabe von Komplexon, um Calciummolybdat oder -wolframat zu lösen. Dann stellt man auf p_H 5 ein. Die Lösung bleibt klar und man kann mit Oxalat fällen. In Gegenwart von Mn und Sn^{IV} erhält man bei der gravimetrischen Calciumbestimmung beträchtliche Überwerte, die durch Komplexon nicht zu beseitigen sind. Dagegen stören Mn und Sn nicht, wenn man das an Calcium gebundene Oxalat manganometrisch bestimmt. — Die Verfasser erprobten ihre Methode praktisch bei der *Calciumbestimmung in Blei-Calciumlegierungen und in Calciummineralien.* R. Lang.

Fällungen von Bariumsulfat wurden von R. B. Fischer[2] elektronenmikroskopisch untersucht, um den Einfluß der Fällungsbedingungen und der in der Lösung vorhandenen Fremdsalze auf die Beschaffenheit der Niederschläge zu prüfen. Die durch direktes Mischen der Reagenzien entstandenen $BaSO_4$-Kristalle sind sehr unvollkommen. Aus 0,1 m $BaCl_2$-Lösung fallen bei tropfenweisem Zusatz von zunehmend verdünnten K_2SO_4-Lösungen (10^{-1} m bis 10^{-4} m) $BaSO_4$-Kristalle aus, die zunächst an Größe zu- dann abnehmen. Bei höherer Temperatur gefällte Kristalle sind nicht viel vollkommener als die bei gewöhnlicher Temperatur entstandenen. Ein Kristallwachstum findet beim Stehen unter der Mutterlauge nur bei Kristallen statt, die kleiner sind als 1 Mikron. Die größeren Kristalle verändern sich nicht. Dies steht in Einklang mit der klassischen Ostwaldschen Theorie. Wenn sehr verdünnte Reagenzlösungen langsam infolge Diffusion durch eine dünne Membran gemischt werden, entstehen gut ausgebildete $BaSO_4$-Kristalle. Sind in den Lösungen zur Zeit der Fällung Fremdelektrolyte (NaCl, $NaNO_3$, $FeCl_3$) vorhanden, so erhalten die Kristalle eine beulenförmig entstellte Oberfläche, und bei größerer Elektrolytkonzentration werden sie ganz verändert. Es handelt sich wahrscheinlich um Adsorption im Sinne der Auffassungen von Paneth-Fajans-Hahn, womit in Einklang steht, daß Nitrat eine größere Wirkung ausübt als Chlorid (Unterschied der Löslichkeiten von $Ba(NO_3)_2$ und $BaCl_2$). A. Kurtenacker.

Für die gravimetrische Bestimmung von Cadmium empfehlen J. L. Walter und H. Freiser[3] *2-(o-Oxyphenyl)benzoxazol* als Fällungsreagens. Das Reagens

[1] Chem. Listy **46**, 331 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.

[2] Analyt. Chemistry **23**, 1667 (1951). Indiana Univ. Bloomington, Ind.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 984 (1952). Univ. Pittsburgh, Pa.

gibt mit Lösungen, die 1—80 mg Cd^{++} enthalten, bei p_H 10,5 in einem Tartratpuffer einen gelben Niederschlag der Zusammensetzung $Cd(C_{13}H_8O_2N)_2$, der bis 275° C stabil ist. Die Fällung bleibt in saurer Lösung bis p_H 5 ohne Tartratzusatz bzw. bis p_H 6 mit Tartratzusatz aus und ist über p_H 10,5 quantitativ. Die meisten Metalle stören nicht. Kupfer muß vorher in saurer Lösung mit dem Reagens ausgefällt werden. Nickel und Kobalt stören in Mengen über 20 mg und müssen dann mit Dimethylglyoxim bzw. 1-Nitroso-2-Naphthol abgeschieden werden. Die Genauigkeit beträgt im Durchschnitt 0,3 mg Cd. — *Reagensherstellung*[1]. 1 Mol o-Aminophenol mit 1 Mol Salicylamid werden fein gepulvert, im Ölbad 3 Std auf 90° C erhitzt (dabei schmilzt das Gemisch und Wasser und Ammoniak entweichen) und eine weitere Stunde auf 200° C erhitzt, bis die Ammoniakententwicklung aufhört. Das Reaktionsprodukt wird dann unter Atmosphärendruck destilliert. Bei 338 bis 340° C destilliert das 2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol als rote Masse über, die 3mal aus Äthylalkohol umkristallisiert wird. Schmelzpunkt 124° C, Ausbeute 48%. Die 1 vol%ige Lösung des Reagenses in 95%igem Alkohol zeigt starke blaue Fluorescenz. — *Ausführung der Bestimmung.* Zu einer Lösung, die 1 bis 80 mg Cd^{++} enthält und die große Mengen der meisten Metalle, bis zu 100 mg Cu^{++} und maximal 20 mg Ni^{++} und Co^{++} enthalten darf, gibt man 3 g Ammoniumtartrat und erhitzt auf 60° C. (Ist Ca^{++} zugegen, scheidet sich Calciumtartrat ab, das abfiltriert wird. Zum Filtrat wird dann nochmals 1 g Ammoniumtartrat zugefügt.) Man stellt mit 3 n Essigsäure auf p_H 3,5 ein und fügt bei 60° C einen geringen Überschuß einer frisch bereiteten Reagenslösung zu, die Cu^{++}, Co^{++} und Ni^{++} ausfällt. Hierauf bringt man den p_H-Wert mit 3 n $NaCH_3COO$-Lösung auf 4,0, hält 15 min bei 60° C, läßt abkühlen, filtriert den das gesamte Kupfer und einen Rest von Calcium enthaltenden Niederschlag in einen Glasfiltertiegel und wäscht mehrmals mit Wasser. Das Filtrat wird mit 1 n Natronlauge auf p_H 9 gebracht, auf 60° C erhitzt und mit einem geringen Überschuß (höchstens 75%!) Reagenslösung versetzt. Hierauf erhöht man den p_H-Wert mit weiterer n Natronlauge, digeriert 15 min bei 60° C, läßt dann abkühlen, filtriert durch Glasfiltertiegel, wäscht mehrmals mit ammoniakalischem 50%igem Äthylalkohol, trocknet bei 130 bis 140° C wenigstens 2 Std lang und wägt. Faktor = 0,2109. Brodersen.

Thallium(I)-salz kann in Gegenwart von Blei(II)-, Kupfer(II)-, Wismut(III)- und Eisen(III)-salz amperometrisch (polarimetrisch) mit Jodidlösung titriert oder als Jodid abgetrennt und gravimetrisch bestimmt werden, wenn nach R. Přibil und Z. Zábranský[2] die genannten Begleitmetalle vorher mittels Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon III) in Komplexonate übergeführt wurden. — *Amperometrische Titration.* Die Thallium(I)-salzlösung, deren Konzentration mindestens 0,01 m ist, wird mit einer Acetatpufferlösung (p_H 4) solange versetzt, bis die Pufferkonzentration 0,1 m erreicht ist. Dann fügt man 0,5%ige Gelatinelösung und hinreichend viel Komplexon III zu und verdünnt auf höchstens 100 ml. Bei einer Spannung von 0,7 Volt zwischen der Quecksilbertropfelektrode und der gesättigten Kalomelelektrode titriert man mit 0,1 m bis 0,5 m Kaliumjodidlösung. Es sollen nicht weniger als 2 ml Jodidlösung verbraucht werden. Die Beleganalysen zeigen bei 40 bis 204 mg Tl relative Fehler von −0,9 bis +1%. Die Bleisalzkonzentration kann das Mehrfache der Thalliumsalzkonzentration, die Konzentration der anderen erwähnten Metallsalze aber höchstens das Doppelte der Thalliumsalzkonzentration betragen. — *Gravimetrische Bestimmung.* Die Thallium(I)salzlösung wird auf die Acetatpufferkonzentration 1 m gebracht, mit hinreichend viel Komplexon III versetzt und bei Siedehitze mit 8%iger Kaliumjodidlösung

[1] Vgl. S. Siegfried und M. Moser: Ber. dtsch. chem. Ges. **55**, 1089 (1922).

[2] Chem. Listy **46**, 16 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.

gefällt, so daß der Überschuß des Fällungsmittels etwa 2% beträgt. Nach 12 bis 16 Std filtriert man, wäscht zuerst mit 1%iger KJ-Lösung, die mit Acetat gepuffert und mit TlJ gesättigt ist, sodann mit 60%igem Äthanol, trocknet bei 130° C und wägt. Die Beleganalysen zeigen bei 20 bis 204 mg Tl relative Fehler von +0,5 bis −1%. Die Konzentration der begleitenden Metallsalze kann viel größer sein als bei der amperometrischen Titration. R. Lang.

Cer(IV)-Salz, Permanganat und Chromat können nach R. Přibil, V. Simon und J. Doležal[1] in Gegenwart von Kupfer(II)- und Eisen(III)-salz jodometrisch bestimmt werden, wenn man zur sauren Probelösung Kaliumjodid gibt und nach Ablauf der Jod liefernden Vorgänge mit Acetat puffert und Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon III) zufügt. Diese bindet Cu^{++} und Fe^{3+} koordinativ so weitgehend, daß die Reaktionen $2\,Cu^{++} + 4\,J^- \rightleftharpoons 2\,CuJ + J_2$ und $2\,Fe^{3+} + 2\,J^- \rightleftharpoons 2\,Fe^{++} + J_2$ glatt und quantitativ rückläufig werden, so daß in der Lösung nur die der Reduktion von Cer(IV)-salz, Permanganat und Chromat entsprechenden Mengen freien Jods verbleiben, die mit Thiosulfat zu titrieren sind. Durch diese Methode werden drei Nachteile beseitigt, die einer früheren, von R. Přibil und J. Sýkora[2] angegebenen jodometrischen Chromsäurebestimmung anhaften. Es kann nämlich jetzt Chromsäure nicht von Komplexon III reduziert werden und es bildet sich grünes Chrom(III)-salz statt des intensiv violetten und darum störenden Chrom (III)-Komplexonates; auch Kobaltsalz stört nicht. R. Lang.

Für die spektrophotometrische Silicium-Bestimmung in Gegenwart von Zirkon, Beryllium, Aluminium und Calcium verwenden A. B. Carlson und Ch. V. Banks[3] die Überführung in Molybdändikieselsäure mit anschließender Reduktion zu Molybdänblau durch 1-Amino-2-naphthol-4-sulfonsäure-Bisulfit-Reagens in Anwesenheit von Flußsäure. Die Reaktionen wurden in Geräten aus *Polytetrafluoräthylen (Teflon)* oder in Platingeräten durchgeführt. Die Aufbewahrung der kritischen Reagenzien erfolgte ebenfalls in Teflonflaschen. — *Arbeitstechnik.* Die Probe wird unter Zusatz von Flußsäure bei mäßiger Wärme in Lösung gebracht, dann mit 40 ml gesättigter Borsäurelösung versetzt und auf Raumtemperatur gekühlt. Man fügt 4 ml Ammoniummolybdatlösung, die 25 g krist. Ammoniumolybdat und 20 ml konz. Schwefelsäure in 250 ml enthält, zu und stellt mit 20%igem Ammoniak, das durch Einleiten von Ammoniakgas in eisgekühltes Wasser in einer Borosilicatglasflasche frisch bereitet wird, auf p_H 1,2 bis 1,3 ein. Nach 8 bis 12 min fügt man 4 ml 20%ige Weinsäurelösung zu, schüttelt, versetzt sofort mit 1 ml Reduktionslösung [27 g Natriumbisulfit, 2 g Natriumhydroxyd und 0,5 g 1-Amino-2-Naphthol-4-sulfonsäure auf 250 ml Wasser (in Plastikflasche 1 Monat haltbar)] und füllt auf 100 ml auf. Nach 20 min mißt man die Absorption gegen Wasser bei 815 mμ. Die Eichkurve wird unter den gleichen Bedingungen mit einer Natriumsilicatlösung (1 ml = 10 μg Si) aufgestellt. Der gebildete Molybdänblau-Komplex ist mindestens 70 Std unverändert beständig. Das Lambert-Beersche Gesetz ist bis 180 μg Si in 100 ml Lösung erfüllt. Der absolute Fehler liegt bei max. 1 μg Si. Die größte Fluormenge, die die Si-Bestimmung noch nicht stört, beträgt bei Abwesenheit von Zirkon 350 mg, bei Anwesenheit von 1 g Zirkonmetall 4,6 g Fluor. Im Durchschnitt genügen 100 bis 200 mg Flußsäure, um bei niedriger Temperatur in einer Probe das SiO_2 in Lösung zu bringen. Versuche zeigten, daß beim Lösen von Zirkonmetall in Flußsäure kein

[1] Chem. Listy **46**, 88 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.

[2] Chem. Listy **45**, 105 (1951); vgl. diese Z. **137**, 289 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 472 (1952). Inst. for Atomic Res. and Dept. of Chem., Iowa State College, Ames, Iowa.

Silicium in Form von Silanen verloren geht. Phosphor, Germanium und Arsen beeinträchtigen die Si-Bestimmung, da sie selbst reduzierbare Molybdatkomplexe bilden. Fe^{III}, Pb^{II}, Ti^{IV} bis 10 µg/ml, Al, Zn, Cu, Ca, Ni, Fe^{II} bis 50 µg/ml und H_2O_2 bis 100 µg ml stören nicht merklich. Größere Alkalimengen vermindern die Farbtiefe etwas; dies ist bei alkalischen Aufschlüssen der Materialien zu beachten und bei der Aufstellung der Eichkurve zu berücksichtigen. — *Anwendungen. Zirkonmetall:* Man versetzt 1 g Probe im Teflonbecher mit Teflonuhrglas mit 15–20 ml Wasser und 10 Tropfen Schwefelsäure (1:1), fügt langsam 3 ml 48%ige Flußsäure zu und erwärmt schwach bis zur vollständigen Lösung. Nach dem Abkühlen versetzt man mit 40 ml gesätt. Borsäurelösung und verfährt weiter wie beschrieben. Bei *Zirkonoxyd, Zirkontetrafluorid* und anderen *Zirkonverbindungen* wird genau so verfahren. *Beryllium:* Man löst 0.2 g Metall im Teflonbecher in 20 ml Wasser und 3 g Natriumhydroxyd, säuert mit verdünnter Schwefelsäure an, fügt 0.5 ml 24%ige Flußsäure zu, beläßt 30 min bei mäßiger Wärme, kühlt und verarbeitet weiter wie beschrieben. *Berylliumoxyd* wird mit einem Minimum an Salzsäure gelöst, mit 20 ml Wasser und 0.5 ml 24%iger Flußsäure 30 min erwärmt und wie angegeben weiterbehandelt. *Aluminium:* Bei der SiO_2-Bestimmung ergab die Alkali-Flußsäure-Lösungsmethode die besten Werte. Beim Lösen mit Natronlauge allein fallen die Werte zu niedrig aus. Man verfährt wie bei Beryllium, benutzt aber nur 4 g NaOH je Gramm Aluminium zum Lösen. *Calcium:* Um Silicium in reaktionsfähige Form überzuführen, ohne daß CaF_2 ausfällt, erwärmt man 30 min mit 0.5 ml Zirkonfluoridlösung (28 g $ZrO_2Cl_2 \cdot 8\,H_2O$ werden in Wasser gelöst, die Lösung wird filtriert, auf 384 ml verdünnt und in einer Plastikflasche mit 16 ml 48%iger Flußsäure versetzt). *Calciummetall* wird durch langsame Zugabe von 1 g Späne in 15 ml etwa 0,35 n Natronlauge in Lösung gebracht; dann säuert man mit verdünnter Flußsäure an, erwärmt ½ Std mit 0,5 ml Zirkonfluoridlösung und verfahrt weiter wie beschrieben. *Calciumoxyd* wird in verdünnter Flußsäure gelöst, die Lösung wird wie angegeben verarbeitet. H. Pohl.

Titan, Beryllium und Uran können nach R. Přibil und J. Adam[1] von anderen Metallen und voneinander wie folgt getrennt werden. Zunächst fällt man die drei Metalle gemeinsam mit Ammoniak im Beisein von Äthylendiamintetraessigsäure (Komplexon III), die die begleitenden Fremdmetalle koordinativ bindet und dadurch vor der Fällung mit Ammoniak schützt. Aus der essigsauren Lösung des Niederschlages trennt man Titan von Beryllium und Uran durch Fällung mit Ammoniak in Gegenwart von überschüssigem Ammoniumcarbonat und von Komplexon III. Ammoniumcarbonat hält Beryllium und Uran, und Komplexon Fremdmetalle, die bei der ersten Fällung mitgerissen wurden, in Lösung. Nach Überführung von Beryllium und Uran in die Oxalate trennt man Beryllium mit Hilfe von Ammoniak ab und fällt schließlich Uran als Oxinat. — *Arbeitsvorschrift.* Man verdünnt die Metallsalzlösung auf 100 bis 150 ml, versetzt mit hinreichend viel 5%iger Komplexon III-Lösung und fällt in der Kälte mit Ammoniak. (Hinsichtlich des Einflusses der Fällungsdauer und des Chloridgehaltes auf die gemeinsame Fällung der drei Metall-Ionen fehlen nähere Hinweise.) Ist von viel Eisen oder Aluminium zu trennen, dann muß die gemeinsame Fällung zwei bis dreimal wiederholt werden. Man filtriert, wäscht mit 3%igem carbonatfreiem Ammoniak, löst am Filter in 20%iger Essigsäure, verdünnt die Lösung, fügt Komplexon III zu, neutralisiert teilweise mit Ammoniak, gibt 2 g festes Ammoniumcarbonat zu und fällt mit überschüssigem Ammoniak das Titan. Nach 30 bis 40 min filtriert man vom Titanhydroxyd ab, wäscht mit 2%iger Ammoniumnitratlösung, verbrennt das Filter, glüht und wägt als TiO_2. Zum Filtrat vom

[1] Chem. Listy **46**, 218 (1952) [Tschechisch]. Univ. Prag.

Titanhydroxyd fügt man 4 bis 5 g feste Oxalsäure, engt die Lösung auf $^1/_4$ ihres Volumens ein, verdünnt mit Ammoniak und fällt Beryllium in der Kälte in der früher beschriebenen Weise[1]. Das Filtrat vom Berylliumhydroxyd engt man auf etwa 100 ml ein, fügt 10 ml Acetatpufferlösung (3 Teile 50%ige Ammoniumacetatlösung + 4 Teile 50%ige Essigsäure) und eine hinreichende Menge 3%ige Oxinlösung (30 g Oxin löst man in einer eben hinreichenden Menge Eisessig, verdünnt mit Wasser auf 1 l und neutralisiert mit Ammoniak) zu, erhitzt auf 80° C und stumpft mit Ammoniak auf einen p_H-Wert von 7—8,5 ab (Kontrolle mit Mercks Indicatorpapier). Das ausgeschiedene Uranyloxinat wird gravimetrisch oder bromometrisch bestimmt. Zwecks gravimetrischer Bestimmung filtriert man nach dem Erkalten der Lösung durch einen Glasfiltertiegel, wäscht zweimal mit heißem und einige Male mit kaltem Wasser, trocknet 2 Std bei 110° C und wägt. Beleganalysen von Gemischen der drei Metallsalze mit Fremdmetallsalzen zeigen relative Fehler von +1 bis —2% für Uran, +1 bis —1% für Titan und —2 bis —7% für Beryllium. — Die Verfasser beschreiben ferner die *Bestimmung von Beryllium neben vierwertigem Uran* und die *Trennung des Titans von Uran* allein. R. Lang.

Das colorimetrische Bestimmungsverfahren kleiner Chrommengen mit Diphenylcarbazid wurde von B. E. Saltzman[2] genau untersucht und verbessert. Zur Überführung des Chroms in die sechswertige Stufe sind Persulfat oder Wismutat als Oxydationsmittel schlecht geeignet. Mit dem ersten ergeben sich zu niedrige Resultate, mit dem zweiten unbeständige Färbungen. Der Verfasser empfiehlt die Oxydation mit Permanganat in schwefelsaurer Lösung (optimal 0,5 n H_2SO_4) und Beseitigung des MnO_4^--Überschusses mit Natriumazid. Die mit Diphenylcarbazid erhaltene Färbung ist besonders nach Zusatz eines Phosphatpuffers beständig, das Beersche Gesetz ist zwischen 0 und 16 μg Cr erfüllt. 0,03 μg Cr in 25 ml Lösung können noch festgestellt werden. Fremdmetalle bewirken nur geringe Störungen. Mo, Cu, Cd, Fe, V in nicht zu großen Mengen können zugegen sein. Störungen durch Hg werden durch NaCl-Zusatz behoben. Größere Mengen Fe, Mo, Cu können nach Oxydation des Chroms durch Extraktion mit Oxin in Chloroform, Fe kann auch durch Fällung mit Na_2CO_3 entfernt werden. Das Verfahren wird u. a. zur Chrombestimmung in der atmosphärischen Luft, im Wasser und besonders im Urin empfohlen. Im letzten Falle müssen die beim Veraschen entstehenden Polyphosphate, die zu niedrige Resultate veranlassen würden, vor der Chrombestimmung in Orthophosphat übergeführt werden. — *Diphenylcarbazidlösung:* Man löst 10,0 g Phthalsäureanhydrid in 175 ml 95%igem Äthylalkohol, versetzt mit einer Lösung von 0,625 g s-Diphenylcarbazid in 50 ml 95%igem Alkohol und füllt mit diesem auf 250 ml auf. — *Chrombestimmung.* Die Probe (bzw. Asche der Probe) wird mit 10 ml 0,5 n Schwefelsäure gelöst, mit 0,5 ml 0,1 n Permanganatlösung versetzt und bei bedecktem Becherglas 20 min am Wasserbad erhitzt. Bei verschwindender Rosafärbung fügt man jeweils noch Permanganat zu, um einen leichten Überschuß aufrecht zu erhalten. Man setzt alsdann 5%ige Natriumazidlösung unter stetem Umschwenken tropfenweise (alle 10 sec 1 Tropfen) bis zur Zerstörung der bräunlichen Farbe zu (3—5 Tropfen genügen meist), vermeidet aber einen Überschuß. Nach Abkühlung (und gegebenenfalls Filtration) wird in einem 25 ml-Meßkolben übergeführt und 1 ml s-Diphenylcarbazidlösung zugefügt. Nach 1 minutigem Stehen zur Entwicklung der Farbe werden 2,5 ml 4 m Phosphatpuffer (138,01 g $NaH_2PO_4 \cdot H_2O$ mit doppelt destilliertem Wasser auf 250 ml aufgefüllt) zugegeben ($p_H = 2$)

[1] R. Přibil u. J. Kucharský, Chem. Listy **46**, 153 (1950); Coll. Českoslov. chem. comm. **15**, 132 (1950); vgl. diese Z. **134**, 211 (1951/52).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 1016 (1952). Publ. Health. Serv., Fed. Sec. Agency, Cincinnati, Ohio.

und mit doppelt destilliertem Wasser aufgefüllt. Die Ablesung erfolgt innerhalb 30 min (0,02 mm Spaltbreite) bei 540 mμ gegen Wasser. Ein Blindversuch läuft nebenher; eine Eichkurve wird mittels Chrom(III)-Lösungen von 0–16 μg Cr-Gehalt aufgestellt, die ebenso wie die Proben behandelt werden. – *Chrombestimmung im Urin.* Man verdampft 50 ml Urin auf dem Wasserbad zur Trockne, gibt 1 ml Salpetersäure zu, erhitzt auf der Heizplatte bis zur beendeten Reaktion, kühlt und wiederholt diese Behandlung mit etwa 0,5 ml-Anteilen Salpetersäure bei allmählich gesteigerter Temperatur (400° C), bis rein weiße Asche erhalten wird. Etwa 10 ml Salpetersäure genügen. Zur Zerstörung der Polyphosphate erhitzt man 1–2 min vorsichtig mit 2 ml Salpetersäure, ohne die Säure abzudampfen, verrührt mit 10 ml Wasser und verdampft auf dem Wasserbade (nicht auf der Heizplatte) bis der Rückstand gerade erstarrt. Dann verfährt man wie angegeben. — *Chrombestimmung in der Luft.* Der auf einem Papierfilter gesammelte Staub wird mit 0,5 ml-Anteilen Salpetersäure auf der Heizplatte wie oben angegeben zur Veraschung behandelt, wobei man etwas $NaHSO_4$ zugibt, um die Bildung unlöslicher Chromoxyde zu vermeiden. — *Blut* wird ebenso verascht wie Urin. Wegen des hohen Eisengehaltes verwendet man aber nicht die Permanganatoxydation, sondern oxydiert mit Bromlauge. W. Gottwald.

Für die Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Sulfat entwickelten D. S. C. Polson und J. D. H. Strickland[1] ein Verfahren, das auf der Fällung als Bariumsulfat zusammen mit Bariumchromat als Sammler beruht. Das getrocknete Sulfat-Chromat-Gemisch wird in einem H_2-HCl-Strom bei Rotglut reduziert und der entwickelte Schwefelwasserstoff wird als Lauths Violett photometriert. *Ausführung:* Man bringt die sulfathaltige Lösung (etwa 100–300 ml) mit Ammoniak oder verd. Salpetersäure auf p_H 1,0 ± 0,2, versetzt mit 30 ml 10%iger Kaliumdichromatlösung und fällt siedend heiß mit 20 ml 25%iger Bariumchloridlösung. Man kocht weitere 15 min, läßt danach 1–2 Std absetzen, filtriert über ein gehärtetes, glattes Filter, wascht mit gesättigter Bariumchromatlösung und trocknet bei 105° C. Der trockene Niederschlag wird in ein Platin- oder Quarzschiffchen (Abb. 1) gepinselt

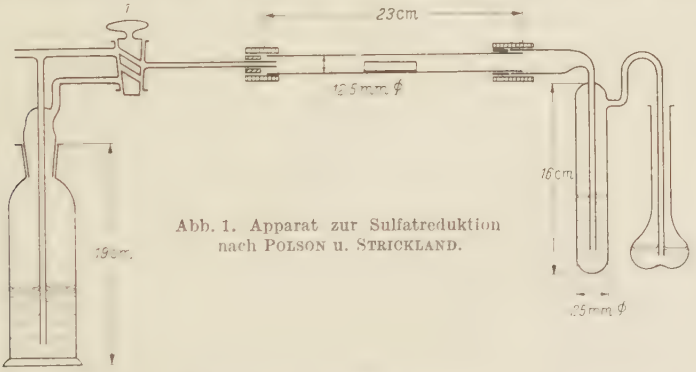


Abb. 1. Apparat zur Sulfatreduktion nach Polson u. Strickland.

und in das abgebildete Quarzrohr bis zur Mitte eingeführt. Die Rohrenden werden durch Polyäthylenschlauchstücke einerseits mit der Drechselschen Waschflasche, andererseits mit den Auffanggefäßen verbunden, von denen das erste mit etwa 25–30 ml Wasser zur Absorption von HCl-Gas und das zweite mit 25 ml 4%iger Zinkacetatlösung beschickt ist. Nachdem man durch einen Wasserstoffstrom (2 bis

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **6**, 452 (1952). Chem. Inspect., Ministry of Supply, Royal Arsenal, London.

3 Blasen/sec) alle Luft aus der Apparatur verdrängt hat, wird der Hahn 1 der DREHSEL-Flasche umgeschaltet, so daß der Wasserstoff die rauchende Salzsäure durchströmen kann. Man erhitzt jetzt 15 min lang die Mitte des Quarzrohres mit einem Bunsenbrenner zur hellen Rotglut. Danach wird der Hahn 1 wieder umgestellt und die Schwefelwasserstoffreste werden durch 5 min langes Durchleiten von Wasserstoff in die Vorlage übergetrieben. Man spült das Einleitungsrohr mit wenig Wasser ab, fügt zu der Vorlageflüssigkeit 7,5 ml 2,5 m Salzsäure und 1 ml 1%ige p-Phenylendiaminlösung (in 0,5 m HCl), verdünnt unverzüglich auf etwa 45 ml, setzt unter gutem Umschütteln 1 ml 2%ige Eisen(III)-chloridlösung (in 5 m HCl) zu und füllt zur Marke auf. Eine Blindprobe mit Zinkacetatlösung und den verwendeten Reagenzien wird daneben angesetzt. Nach 20 min Wartezeit wird die Meßlösung gegen den Blindwert in einem SPEKKER-Absorptiometer mit ILFORD-Filter Nr. 606 (580 mμ) gemessen. Die Eichkurve wird unter den gleichen Arbeitsbedingungen aufgestellt. Der Sulfatgehalt des verwendeten destillierten Wassers und der Chemikalien muß möglichst niedrig gehalten werden. Die Reinigung geschieht durch Fällung mit Bariumchlorid bzw. Kaliumdichromat und mehrtägiges Absitzenlassen. Die überstehenden klaren Lösungen werden für die Bestimmungen verwendet. Schwefelmengen von 5—500 μg sind in verschiedenen Salzlösungen (Ammoniumnitrat, Magnesium-, Zink-, Kupfer-, Silber-, Bleinitrat und Ammoniumchlorid) bestimmt worden. Die Erfassungsgrenze liegt bei 2 μg S in 50 ml Meßvolumen. Zwei Fehlerquellen sind hervorzuheben. Im Glührohr muß jede Spur Chromat reduziert werden, sonst bildet sich kein Schwefelwasserstoff aus dem Sulfat. Die Fällungsbedingungen müssen genau eingehalten werden, sonst fällt Bariumchromat zu fein aus und die quantitative Reduktion des Bariumsulfates bereitet Schwierigkeiten. H. POHL.

Zur Bestimmung von leicht löslichen Sulfaten benützt H. NECHAMKIN[1], um die umständliche Filtration von Bariumsulfat zu vermeiden, die Umsetzung mit festem Bariumoxalat in einer Durchlaufsäule mit anschließender Titration der in Lösung gegangenen äquivalenten Oxalatmenge mit Permanganatlösung. — Zwei Durchlaufröhren von 18 mm ⌀ füllt man bis zu einer Höhe von 20—25 cm mit einer im Mörser vermahlenen Mischung von festem Bariumoxalat und fasrigem, vorher mit Säure gewaschenem Asbest, schließt am unteren Ende mit einem Glaswollebausch ab und setzt die Röhren auf Saugflaschen auf. Die auf ungefähr p_H 7 eingestellte, zu untersuchende Sulfatlösung läßt man durch die eine Röhre laufen, dagegen ein gleiches Volumen reines Wasser durch die andere Rohre. Nachdem man jede Röhre dreimal mit dem gleichen Volumen Wasser nachgewaschen hat, titriert man das Oxalat in je 60 ml der beiden mit ihren Waschwässern vereinigten Eluate nach dem Ansäuern mit 50 ml 10%iger Schwefelsäure in bekannter Art mit Permanganatlösung. Man berechnet den Gehalt an Sulfat aus der Differenz des Kaliumpermanganatverbrauchs in den beiden Röhren. (Der Blindwert beträgt etwa 3,0 ml 0,1 n $KMnO_4$-Lösung.) Nach Abzug des Blindwertes sind die Resultate um etwa 0,2% zu niedrig. Chromat, Jodat stören, ebenso andere Anionen, die unlösliche Bariumsalze bilden. H. ZELLNER.

Zur Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Chlor-Ion in sehr verdünnten nitrathaltigen Lösungen empfehlen G. S. SPICER und J. D. H. STRICKLAND[2] eine Anreicherung des Chlor-Ions mit Silberjodid als Sammler und schließliche Konzentrationsbestimmung des Chlor-Ions in der von Silber und Jod wieder befreiten Lösung durch Potentialmessung an einer Ag AgCl-Elektrode. In 10 g Probe kann Chlor-Ion

[1] Chemist-Analyst **41**, 31 (1952). Pratt Inst., Brooklyn, N. Y.

[2] Anal. chim. Acta (Amsterd.) **6**, 493 (1952). Chem. Inspect., Ministry of Supply, Royal Arsenal, London.

auf diese Art noch in der Konzentration 0,3 μg ml auf $\pm$ 5% genau erfaßt werden. Störend wirken Substanzen, die Chlor- und Jod-Ion oxydieren sowie Kationen, die unlösliche Jodide bilden. Bromide sollen nicht vorhanden sein. — *Ausführung.* Das Lösungswasser und die verwendeten Reagenzien müssen sorgfältig von Chlorspuren befreit werden. Dies geschieht bei Wasser und 20%iger Harnstofflösung, indem man sie durch eine Säule mit Anionenaustauscher in Hydroxydform laufen läßt. Konzentrierte Salpetersäure wird zur Reinigung unter Zusatz von etwas Wasserstoffperoxyd auf drei Viertel des ursprünglichen Volumens eingedampft. Silbernitrat löst man in Wasser, fällt mit Natronlauge als Silberoxyd und löst dieses nach dem Auswaschen in der berechneten Menge reiner Salpetersäure. Chlorfreie Ammoniaklösung wird durch Einleiten von NH_3-Gas in chlorfreies Wasser erzeugt. Der Chlorgehalt von Ammoniumnitratlösung wird durch Potentialmessung bestimmt und durch Zusatz der äquivalenten Menge $AgNO_3$ entfernt. – *Anreicherung.* (Enthält die Untersuchungslösung viel Nitrit, dann wird zunächst der größte Teil davon durch Kochen entfernt.) Zu 50 – 100 ml der Untersuchungslösung (p_H 1—2) gibt man 1 ml 20%ige Harnstofflösung, erwärmt bis die Reaktion beendet ist, fügt nach dem Abkühlen 1 ml 1,5%ige KJ-Lösung und dann tropfenweise unter Rühren 10 ml 15%ige $AgNO_3$-Lösung zu, erhitzt zum Sieden und läßt 30 min stehen. Hierauf kühlt man, fügt 0,2 ml 1%ige Lissapol N-Lösung (Netzmittel) zu, zentrifugiert, entfernt die überstehende Flüssigkeit, wäscht den Niederschlag zweimal mit je 5 ml Wasser, die einige Tropfen $AgNO_3$-Lösung enthalten, zentrifugiert und entfernt die Waschwässer. Der AgJ-Niederschlag im Zentrifugierrohr wird mit 5 ml 18 n NH_3-Lösung und 5 ml Wasser behandelt. Man versetzt dann mit 50 mg Zinkstaub, erwärmt bis alle weißen Niederschlagsteilchen verschwunden sind und beläßt noch 10 min im siedenden Wasserbad. Hierauf fügt man 0,05 ml Lissapol N-Lösung zu, zentrifugiert, dekantiert in ein 50 ml-Becherglas, wäscht mit 5 ml Wasser und gibt das Waschwasser ebenfalls in das Becherglas. Die Flüssigkeit wird bis eben zur Trockne verdampft, der Rückstand in 2,5 ml 2 n Salpetersäure gelöst und die Lösung in einem 10 ml-Meßzylinder mit 0,2 ml 3,5%iger $NaNO_2$-Lösung versetzt. Das freigewordene Jod entfernt man durch 3maliges Ausschütteln mit je 5 ml Benzol. Nach Zugabe von 0,2 ml 20%iger Harnstofflösung erhitzt man die wäßrige Lösung 5 min, kühlt dann, neutralisiert mit 18 n NH_3-Lösung gegen Methylrot und säuert sehr vorsichtig mit 2 n Salpetersäure an (Überschuß höchstens 0,05 ml). Man bringt auf ein Volumen von 5 ml und kühlt auf 20° C. — *Potentialmessung.* Die Ag|AgCl-Elektroden werden in Anlehnung an die Methode M. Randall und L. E. Young[1] wie folgt hergestellt: Man lötet 5 cm Silberdraht (0,9 mm ⌀) an Kupferdraht, formt die letzten 4 cm des Ag-Drahtes zur Spirale, bestreicht mit einer Paste aus Ag_2O und Wasser, trocknet, erhitzt 30 min auf 450° C und bildet schließlich die AgCl-Schicht durch 1stündige anodische Behandlung mit 1 mAmp in einer angesäuerten 5%igen KCl-Lösung. Die Elektroden werden in einer 100 μg Cl^-/ml enthaltenden Lösung im Dunkeln aufbewahrt. Die Meßzelle besteht aus einem mit 1 m NH_4NO_3-Lösung gefüllten Becherglas, in das zwei unten mit einem Diaphragma verschlossene Glasröhren tauchen, in denen sich die beiden Ag/AgCl-Elektroden befinden. Das Ganze wird im Thermostaten auf genau 20° C gehalten. Zunächst füllt man die Röhren beider Elektroden mit einer 100 μg Cl^-/ml enthaltenden Standardlösung und mißt das kleine „Assymetrie-Potential" (V_1). Dann kommt in die eine Elektrode die zu untersuchende Lösung und man liest wieder ab, wenn das Potential sich konstant eingestellt hat (V_2). Die der Differenz $V_2 - V_1$ entsprechende Cl^--Konzentration und eine kleine, daran anzubringende Korrektur wird einer Eichkurve entnommen, deren Herstellung im Original beschrieben ist.

K. Brodersen.

[1] J. Amer. chem. Soc. **50**, 989 (1928).

IV. Spezielle analytische Methoden.

1. Auf Lebensmittel und Gesundheitspflege bezügliche.

Literatur. Elisabeth Tornow: *Nachweis von Gift und Unkraut im Getreide und Mehl.* 56 Seiten, 60 Abbildungen und 10 Tabellen. 1952. Selbstverlag München 22, Kaulbachstraße 69. Preis kart. DM 3,50.

Das Buch behandelt die Untersuchung von Getreide und Mehl auf anorganische und organische Gifte, die durch Getreidebeizung, Schädlingsbekämpfung, Mehlbleichung und Mehlbehandlung sowie durch Mutterkorn und Unkrautsamen für den Verbraucher bedeutungsvoll werden können. Eingestreut sind Ausführungen über die Bedeutung einzelner Stoffe für die Gesundheit des Menschen. Schließlich sind in Tabellen und Abbildungen 59 Unkrautsamen beschrieben. Die Darstellung der Untersuchungsverfahren ist jedoch nicht immer ausführlich genug, die Beschreibung der Unkrautsamen hat naturgemäß nur Bedeutung für das Getreide.

A. Gehring.

Die organoleptische Prüfung wird von L. C. Cartwright, Cornelia T. Snell und Patricia H. Kelley[1] für jedes Laboratorium als Untersuchungsmethode empfohlen, wenn 5—15 geübte Gutachter zur Verfügung stehen. Die Methode eignet sich am besten zur Beurteilung von Nahrungsmitteln und Getränken auf äußere Beschaffenheit, Geruch und Geschmack. Die Beurteilung erfolgt am besten nach Punkten oder besonderen Richtlinien. Die Leitung der Prüfung soll in einer Hand liegen. Bei ungeübten Prüfern ist die Bewertung der Proben so einfach wie möglich vorzunehmen. Zur zahlenmäßigen Festlegung der Reproduzierbarkeit kann der mittlere Fehler nach der folgenden bekannten Formel bestimmt werden: Mittlerer Fehler $= \sqrt{\frac{\Sigma x^2}{N(N-1)}}$: Σx^2 = Summe des Quadrates der individuellen Abweichung von dem mittleren Wert; N = Anzahl der einzelnen Werte.

J. Koch.

Zur Zinkbestimmung in Nahrungsmitteln verwenden N. Ja. Chlopin, N. S. Litniova und K. P. Privalova[2] die *polarographische Methode*. Hierbei wird Zink auf der Hg-Tropfkathode in konzentrierter K-, Mg- oder Ca-Chloridlösung reduziert. Als besonders zweckmäßig erweist sich eine 30%ige $CaCl_2$-Lösung. Auf diesem Untergrund verläuft die Reduktion von Zink bei 1,04 V. Die polarographischen Wellen von Zink sind bei p_H 5 –6 deutlich ausgeprägt, bei p_H 6,7—7,0 sind sie flacher, in beiden Fällen besteht jedoch lineare Abhängigkeit zwischen der Wellenhöhe und der Konzentration des Kations. — Man mineralisiert die Einwaage der zu untersuchenden Substanz mit HNO_3 und H_2O_2 in einer Porzellanschale von 75 cm ⌀, bearbeitet den Rückstand 2mal mit Salzsäure (1.19 und 1:1), dampft ein und zieht mit 30%iger $CaCl_2$-Lösung aus. Die Lösung wird polarographiert.

A. Trofimow.

Zum Nachweis von Benzoesäure in Nahrungsmitteln wird die Benzoesäure durch Extraktion oder Wasserdampfdestillation abgetrennt und nach dem Vorschlage von E. Rathenasinkam[3] in einfachster Weise nach folgender Methode als Ammoniumsalz identifiziert: In ein breites Reagensglas gibt man 10 –15 ml der über Na_2SO_4 getrockneten ätherischen Lösung von Benzoesäure und bringt darüber ein zweites Reagensglas an (Abb. 1), das 2 cm vom Boden entfernt ein Loch besitzt und neben wasserfreiem Natriumsulfat, wenig Watte und 1 Tropfen konz. Ammoniak enthält. Nach wenigen Minuten kristallisiert Ammoniumbenzoat in glänzenden Schuppen aus der Ätherlösung aus.

[1] Analyt. Chemistry **24**, 503 (1952). Foster D. Snell, Inc., New York, N. Y.

[2] Gig. i. San. (Hyg. u. Sanitätswes.) **4**, 47 (1952) [Russisch].

[3] Analyst (London) **77**, 101 (1952). Government Analyst's Lab., Colombo, Ceylon.

Ein zweiter Nachweis beruht auf der Farbreaktion, welche die aromatischen Nitroverbindungen, in Aceton gelöst, mit Alkali ergeben: 1 mg Benzoesäure — auch Natrium- oder Ammoniumbenzoat — wird zwecks Nitrierung im Reagensglas mit 150 mg KNO_3 und 15 Tropfen H_2SO_4 (D 1,84) versetzt und 20 min im Wasserbad erhitzt. Man verdünnt auf 30 ml, extrahiert mit 30 ml Äther und wäscht mit 2 mal 10 ml Wasser aus. Der Rückstand der ätherischen Lösung wird in 2 ml einer Mischung von 2 Teilen Aceton und 1 Teil absolutem Alkohol gelöst und mit 1—2 Tropfen einer 10%igen wäßrigen Natronlauge versetzt. Beim Mischen entsteht eine Purpurfärbung, die langsam in Violett übergeht (0,5—1 mg Benzoesäure geben noch eine kräftige Reaktion). — p-Oxybenzoesäure, Salicylsäure, Saccharin geben die Reaktion nicht, die Lösungen bleiben farblos. Mit *p-Chlorbenzoesäure* entwickelt sich langsam eine rötliche Färbung, *Phenylessigsäure* gibt Grünfärbung, *Zimtsäure* Violettfärbung, in Braun übergehend. Zum Nachweis von Zimtsäure muß mit 0,5 ml HNO_3 (1,42) und nicht wie angegeben mit KNO_3 und H_2SO_4 nitriert werden. J. Koch.

Abb. 1.

Für die spektrophotometrische Bestimmung von Phosphorsäure in Wein benutzen J. E. Beck und M. J. Pro[1] das bekannte Verfahren der Reduktion des Phosphormolybdänsäurekomplexes zu Molybdänblau. – 10 ml Wein oder Spirituosen werden in einer Platinschale im Trockenschrank bei 100° C zur Trockne verdampft, anschließend vorsichtig über kleiner Flamme verkohlt und in einer Muffel nicht über 550° C verascht. Die Asche löst man in 10 ml 0,1 n Schwefelsäure und bringt die Lösung quantitativ in einen 100 ml-Meßkolben, den man bis zur Marke auffüllt. 25 ml dieser Lösung werden in einem 100 ml-Meßkolben mit 50 ml Wasser, 10 ml Molybdänreagens (25 g Ammoniummolybdat in 500 ml 10 n-H_2SO_4 gelöst, auf 1 l aufgefüllt) und 4 ml Reduktionsreagens (1,25 g pulverisierte 1,2,4-Aminonaphtholsulfosäure in 490 ml 20%iger Natriumbisulfitlösung gelöst), geschüttelt und bis zur Marke aufgefüllt. 10 min nach Zusatz des Reduktionsreagenses wird bei 830 mμ spektrophotometriert (Coleman- oder Beckman-Photometer) und der Phosphorsäuregehalt einer Eichkurve entnommen. J. Koch.

Für die colorimetrische Bestimmung von Äpfelsäure in Wein und Most empfiehlt E. Nitschke[2] eine einfache und billige Methode, die bei einer Genauigkeit von 0,1 μg/ml für Reihenuntersuchungen geeignet ist. Die Methode beruht auf der Tatsache, daß Äpfelsäure — auch in Form ihrer Salze — mit α-Naphthol und konzentrierter H_2SO_4 in der Hitze eine braungelbe Farbe liefert, die nach Verdünnen und Alkalisieren in Rot umschlägt. *Ausführung:* Das Filtrat, das nach dem Abtrennen der Weinsäure (amtliche Deutsche Methode) anfällt — entsprechend 100 ml Wein — wird in einer Porzellanschale auf dem Wasserbad auf 50 ml eingeengt. Zur heißen Flüssigkeit gibt man 3 ml einer 10%igen Zinksulfatlösung ($ZnSO_4 \cdot 7\,H_2O$), einige Tropfen Phenolphthaleinlösung und bis zur bleibenden Rotfärbung tropfenweise heißgesättigte Bariumhydroxydlösung. Nach Zugabe

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 257 (1952). Bureau of Internal Revenue, Washington, D. C.

[2] Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. **43**, 50 (1952). Laboratoire de l'Etat, Luxembourg.

von 1 ml überschüssigem Barytwasser, wird die Mischung in einen 100 ml-Meßzylinder übergeführt, gekühlt und bis zur Marke aufgefüllt. (Bei einem Äpfelsäuregehalt über 2 g/l soll auf 200—250 ml aufgefüllt werden!). 1 ml Filtrat wird in einem 10 ml-Zentrifugenglas mit 4 ml 96%igem Alkohol und 4 Tropfen 10%iger Bariumchloridlösung gemischt und nach 5 min langem Stehen zentrifugiert. Das trockene Zentrifugat wird dann mit 5 ml 60%igem Alkohol, der mit Ba-malat gesättigt ist, gemischt und erneut zentrifugiert. Schließlich ist der Rückstand in 5 ml kochendem Wasser zu lösen und in einer Porzellanschale (2mal Nachwaschen mit 2 ml heißem Wasser) auf dem Wasserbad zur Trockne zu bringen. Der Rückstand wird dann mit 2 ml einer 2,5%igen α-Naphthollösung in Schwefelsäure p. a. (1,84) 15 min auf dem Wasserbad erhitzt und die Lösung in ein 50 ml-Zentrifugenglas gebracht, in dem bereits 25 ml destilliertes Wasser enthalten sind. Nach dem Abkühlen unter fließendem Wasser werden genau 10 ml Isooctylalkohol (Methyl-n-hexylcarbinol) zugefügt. Man schüttelt gut um und zentrifugiert. 5 ml der octylalkoholischen Schicht werden kräftig mit 25 ml 5%iger Natriumhydrogencarbonatlösung geschüttelt und zentrifugiert. Die entstehende rote wäßrige Lösung wird schließlich im LANGE-Colorimeter photometriert. — Das LAMBERT-BEERsche Gesetz ist nicht erfüllt. Die Arbeiten sollen in diffusem Licht ausgeführt werden. J. KOCH.

Über die Bestimmung von Tannin und tanninähnlichen Substanzen in Apfelwein und Birnenmost berichten C. BRUGIRARD und J. TAVERNIER[1]. Die Verfasser unterscheiden zwischen dem Gesamt-Tannin, den Polyphenolen und dem wahren Tannin. Letzteres ist dadurch gekennzeichnet, daß es die Eigenschaft besitzt, eine 1%ige Gelatinelösung (10% NaCl enthaltend) zum Ausflocken zu bringen. — *1. Bestimmung des Gesamt-Tannins:* Nach LOEWENTHAL[2] werden 5 ml Apfelwein oder Birnenmost in 800 ml Wasser gebracht und 10 ml Indigocarminlösung [10 g Indigocarmin + 50 ml H_2SO_4 (66° Bé) in 1 l Wasser gelöst] zugefügt. Mit 0,1 n-$KMnO_4$-Lösung titriert man auf eine goldgelbe Färbung. Unter Berücksichtigung des Blindwertes für die Indigocarminlösung wird das Gesamt-Tannin in mg-Aequiv. $KMnO_4$-Verbrauch je Liter Apfelwein oder Birnenmost angegeben. (T) - *2. Bestimmung des wahren Tannins:* 20 ml der zu untersuchenden alkoholischen Flüssigkeit werden im Zentrifugierröhrchen mit 0,1 n Natronlauge neutralisiert und mit 10 ml Pufferlösung versetzt. (Puffer — 1,361 g KH_2PO_4, 8,353 g $Na_2HPO_4 \cdot 12\,H_2O$, 12,5 g $NaHCO_3$ gelöst in Wasser zu 500 ml). Nun fällt man das Tannin mit 5 ml einer 2%igen Cinchoninlösung, die im Liter 10 ml 1:3 verdünnte Schwefelsäure enthält. Nach 20 min langem Stehen wird zentrifugiert. 10 ml des Zentrifugates werden, wie vorher beschrieben, bei Gegenwart von 10 ml Indigocarminlösung mit 0,1 n $KMnO_4$-Lösung titriert und der $KMnO_4$-Verbrauch je Liter berechnet. Den $KMnO_4$-Bedarf des wahren Tannins erhält man, wenn man den unter 2 bestimmten Wert von dem unter 1 bestimmten subtrahiert. Die Untersuchungen zeigen, daß in Apfelweinen das wahre Tannin nur 32% des Gesamt-Tannins ausmacht, bei Birnenmost dagegen 77,5% beträgt. Läßt man die Birnenmaische 24 Std offen stehen und angären, so lassen sich nur noch 7% des bei normaler Verarbeitung gefundenen wahren Tannins nachweisen. — In Birnenmost kann man den Gehalt an wahrem Tannin auf folgende Art auch direkt bestimmen: Man wäscht den mit Cinchonin erhaltenen zentrifugierten Niederschlag mit 20 ml einer 10%igen Na_2SO_4-Lösung, dekantiert und löst den Niederschlag in 10 ml Essigsäure nach FRESENIUS[3]. Die Lösung wird wie oben nach LOEWENTHAL titriert.

[1] Ann. Falsificat. Fraudes **45**, 108 (1952). Inst. National de la Recherche agronomique, Station de Recherches pomologique et cidricoles de Rennes.

[2] J. prakt. Chem. **3**, 54 (1860).

[3] Anleitung zur qualitativen Analyse 1905.

Das Verfahren gibt Werte, die praktisch mit den aus der Differenz erhaltenen übereinstimmen. J. Koch.

Zur spektrophotometrischen Bestimmung von Tannin in Wein und Whisky benutzt M. J. Pro[1] die Tatsache, daß Phosphormolybdänwolframsäure (Folin-Denis-Reagens) von Tannin zu einer blauen Lösung reduziert wird, deren Farbintensität ausgewertet wird. *Methode:* In einen 100 ml-Meßkolben, der 75 ml destilliertes H_2O enthält, pipettiert man 1 ml Wein oder Whisky und gibt 5 ml Folin-Denis-Reagens[2] und 10 ml gesättigte Sodalösung zu. Nun wird bis zur Marke mit destilliertem H_2O aufgefüllt, kräftig umgeschüttelt und nach 30 min bei 760 mμ spektrophotometriert. Der Tanningehalt wird aus einer Eichkurve abgelesen. J. Koch.

Zur Eisenbestimmung in Bier empfiehlt A. L. Brandon[3] auf Grund von Erfahrungen aus Gemeinschaftsuntersuchungen folgendes Verfahren: Man pipettiert je 25 oder 50 ml entgastes Bier in 2 125 ml-Erlenmeyer-Kolben und fügt je 1 ml Hydroxylaminchlorhydratlösung (10%ig) hinzu und läßt 30 min stehen. Danach gibt man in den einen Kolben 2 ml 0,3%ige o-Phenanthrolinlösung und in den andern 2 ml Wasser. Nach 30minutigem Stehen werden die Lösungen gegen destilliertes Wasser mit Licht der Wellenlänge 505—520 mμ im Spektrophotometer verglichen. Zugleich wird die gefärbte Lösung mit der Blindlösung verglichen. Zur Berechnung werden aus der Eichkurve die Eisenwerte der gefärbten Lösung und der Blindlösung abgelesen. Ihre Differenz ist gleich dem Eisengehalt im Bier. L. Acker.

Für die Bestimmung der höheren Alkohole in Whisky und anderen Trinkbranntweinen unterziehen G. H. Osborn und O. E. Mott[4] die Methode der „Royal Commission on Whisky and Other Potable Spirits" (H. M. Stationery Office, London, 1909) einer kritischen Prüfung und empfehlen folgende abgeänderte Arbeitsweise: 10 ml des 50 Vol%igen alkoholischen Destillates sowie 10 ml der 50%igen äthylalkoholischen Vergleichslösung der höheren Alkohole (1 Teil Propylalkohol, 2 Teile Isobutylalkohol, 3 Teile Amylalkohol und 1 Teil Caprylalkohol) werden in getrennten Meßröhrchen (16 cm · 25 mm) in Eiswasser gestellt. Aus einer Meßbürette läßt man dann unter Schütteln tropfenweise, aber schnell innerhalb 3 min, je 10 ml konz. H_2SO_4 zufließen. Die Röhrchen werden nun im Wasserbad auf 20° C erwärmt, mit 0,5 ml einer frisch bereiteten 1%igen wäßrigen Furfurollösung versetzt und gut geschüttelt. Die spektrophotometrische Messung bei 515 mμ wird entweder nach 1stündigem Stehen bei 20° C oder nach 6 min langem Erwärmen im Wasserbad auf 80° C und Abkühlen auf 20° C vorgenommen. J. Koch.

Eine colorimetrische Bestimmungsmethode des Epihydrinaldehyds in Fetten, in denen er durch Oxydation entsteht, wird von N. S. Drozdov und N. P. Materanskaja[5] beschrieben. Die Methode beruht auf der Reaktion von H. Kreis[6] (Rotfärbung mit Phloroglucin-Salzsäure). Man löst in einem graduierten Reagensglas 1,0 g Fett oder Fettsäure in 2 ml Äther, versetzt mit 1 ml 37%iger Salzsäure, schüttelt, gibt 2 ml 0,1%ige ätherische Lösung von Phloroglucin zu,

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 255 (1952). Bureau of Internal Revenue, Washington, D. C.

[2] Vgl. z. B. diese Z. **53**, 659 (1914).

[3] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 243 (1952). Anheuser-Busch, Inc., St. Louis, Mo.

[4] Analyst (London) **77**, 260 (1952). The British Drug Houses Ltd., Dorset (England).

[5] Ž. anal. Chim. **7**, 74 (1952) [Russisch].

[6] Chemiker-Ztg. **26**, 1014 (1902); vgl. diese Z. **44**, 237 (1905).

schüttelt wieder und erwärmt 1 min in siedendem Wasser. Nach 1 min wird die Farbstärke der unteren wäßrigen Schicht mit Standardlösungen verglichen. Versuchsdauer 10 min. Die Farbreaktion mit Phloroglucin ist sehr empfindlich, es können noch 0,0005 mg Epihydrinaldehyd in 1 ml bestimmt werden. Bei Verwendung von Resorcin oder Naphthoresorcin verringert sich die Empfindlichkeit der Reaktion; sie beträgt bei Resorcin 0,01 mg in 1 ml. Die Methode ist nicht anwendbar bei gefärbten Fetten und bei stark oxydierten Fetten. A. Trofimow.

Bei der jodometrischen Bestimmung der Peroxyde in Fetten nach dem Verfahren von C. H. Lea[1] und seinen Modifikationen sind, durch die Lösungsmittel bedingt, teilweise recht hohe Blindwerte zu beobachten, die bei kleinen Ergebnissen zu Ungenauigkeiten führen. Außerdem sind besonders die essigsäurehaltigen Lösungsmittel durch hohe Sauerstoffehler (Jodidoxydation durch Luftsauerstoff) gekennzeichnet. L. Hartman und Margaret D. L. White[2] fanden in dem folgenden Citronensäurereagens ein blindwertfreies Lösungsmittel: 10 g Citronensäure werden in 60 ml heißem, tertiärem Butylalkohol gelöst und mit 35 ml Tetrachlorkohlenstoff versetzt. Der Sauerstoffehler läßt sich nicht ganz ausschalten, weshalb man unter Luftausschluß arbeitet.

Ausführung: 1 g Fett wird in 20 ml Citronensäurereagens gelöst. Nach dem Entlüften der Lösung mit Stickstoff gibt man 1 ml gesättigte KJ-Lösung zu und läßt das Reaktionsgemisch 15 min im Dunkeln stehen. Nach Verdünnung mit 50 ml dest. Wasser wird in bekannter Weise mit 0,002 n $Na_2S_2O_3$-Lösung titriert und die Lea-Zahl errechnet. (1 ml 0,002 n $Na_2S_2O_3$-Lösung je Gramm Fett ist äquivalent 1 Millimol Peroxyd je Kilogramm Fett.) J. Koch.

Die Bestimmung von 3-tert.-Butyl-4-oxyanisol neben dem isomeren 2-tert.-Butyl-4-oxyanisol hat Bedeutung, weil das erste als *Antioxydans* viel stärker wirksam ist als das zweite und beide Stoffe in den butylierten Oxyanisolen des Handels nebeneinander vorkommen. J. H. Mahon und R. A. Chapman[3] empfehlen folgende Bestimmungsmethode:

10 g Fett (oder eine entsprechende Menge des handelsüblichen Antioxydanses) werden in 50 ml gereinigtem Petroläther gelöst. Falls Propylgallat (Vorprobe!) anwesend ist, wird die Lösung 3 mal mit je 20 ml wäßriger 1,67%iger Ammoniumacetatlösung 3 min lang geschüttelt. Propylgallat geht in die wäßrige Phase und wird abgetrennt, um nach J. H. Mahon und R. A. Chapman[4] bestimmt zu werden. Die Petrolätherlösung wird 3mal 3 min mit je 25 ml 72%igem Äthylalkohol (hergestellt durch Verdünnen von über 0,1% festem KOH und 0,1% $KMnO_4$ destilliertem absolutem Alkohol) ausgeschüttelt, schließlich noch einmal mit 60 ml nachgewaschen. Die alkoholischen Extrakte werden auf 300 ml aufgefüllt und filtriert (Whatman-Filter No. 54). In 30 ml-Erlenmeyer-Kolben mit Glasstopfen, die durch schwarzes Papier vor Lichteinflüssen geschützt sind, werden je 1 ml der alkoholischen Lösung mit 5 ml 72%igem Alkohol verdünnt. Man setzt nun 3 ml gereinigten absoluten Alkohol zu, 2 ml frisch bereitete 0,2%ige Eisen(III)-chloridlösung ($FeCl_3 \cdot 6\,H_2O$ gelöst in absolutem Alkohol) und 2 ml 0,2%ige Lösung von α,α'-Dipyridyl in absolutem Alkohol. Nach 30 min wird im photoelektrischen

[1] Dept. sci. ind. Res., Rept. Food Investigation Board, **1929**, 30; J. Soc. chem. Ind., (London) **64**, 106 (1945); **65**, 286 (1946); vgl. auch diese Z. **107**, 146 (1936); **113**, 239 (1938).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 527 (1952). Dept. of Scient. and Ind. Res., Wellington, New Zealand.

[3] Analyt. Chemistry **24**, 534 (1952). Food and Drug Lab., Dept. of National Health and Welfare, Ottawa, Canada.

[4] Analyt. Chemistry **23**, 1116 (1951); vgl. diese Z. **137**, 56 (1952).

Colorimeter (Filter 515 mμ) gegen Blindversuch photometriert. — In weiteren 3 Erlenmeyer-Kolben wird die alkoholische Lösung des butylierten Oxyanisols mit 72%igem Alkohol 1:12 verdünnt und gemischt mit 2 ml 0,01%iger Lösung von 6-Dichlorchinonchlorimid in absolutem Alkohol und 2 ml einer 2%igen wäßrigen Boraxpufferlösung ($Na_2B_4O_7 \cdot 10\,H_2O$). Nach 15 min wird photometriert (Filter 620 mμ)[1]. Zur Berechnung des Gehaltes an 2- und 3-tert.-Butyl-4-oxyanisol (Kurven) wird das Adsorptionsverhältnis $\frac{620\ m\mu}{515\ m\mu}$ gebildet. Die Eichkurve ergibt die Abhängigkeit dieses Verhältnisses von dem Gehalt an den beiden Komponenten. Die Kurve ist eine Gerade mit Ausnahme des schwach gekrümmten Teiles, der einem Gehalt von weniger als 20% der 3-Isomeren entspricht. — Der Gehalt an 3-tert.-Butyl-4-oxyanisol in 3 Handelsprodukten wurde mit 63—95% bestimmt.

J. Koch.

Zur Bestimmung der Farbe von Rohrzuckersirup und -melasse empfehlen C. B. Broeg und C. F. Walton jr.[2] eine leicht durchführbare und billig arbeitende Methode, die als Standard eine Mischung von Mineralsalzlösungen unter Anlehnung an H. V. Arny und E. G. Peckhardt[3] benutzt. Der Mineralsalzstandard stimmt zwar nicht immer genau mit der Farbe der zu untersuchenden Probe überein, doch läßt sich ihre Lichtdurchlässigkeit leicht bestimmen und auf den Standard umrechnen. Die Messungen können mit „Lovibond"-Glasfilter Nr. 52 oder dem Spektrophotometer bei 560 mμ durchgeführt werden. — *Herstellung des Standards. Lösungen:* 10%ige Lösungen von $CuCl_2 \cdot 2\,H_2O$, $CoCl_2 \cdot 6\,H_2O$ und $FeCl_3 \cdot 6\,H_2O$ in 10%iger Salzsäure. *Stammlösung:* Mischung aus 50 ml Kupferchloridlösung mit 485 ml Kobaltchloridlösung und 465 ml Eisenchloridlösung. In Anlehnung an die Arbeiten der American Molasses Co. wird die Stammlösung mit 10%iger Salzsäure so verdünnt, daß die Standardwerte 0—30 entstehen (Verdünnungstabelle in der Originalarbeit). Für Lösungen, die stärker als Standard 30 gefärbt sind, wird eine Stammlösung benutzt, deren einzelne Lösungen 30%ig statt 10%ig aus den gleichen Mineralsalzen hergestellt werden. J. Koch.

Bemerkungen zur Bestimmung der Acidität von Mehl und Teigwaren. M. B. Drevon und G. Oternaud[4] zeigen, daß die zur Beurteilung des Alters von Mehl und Teigwaren wichtige Bestimmung der Acidität nach der offiziellen Methode[5] fehlerhaft ist, worauf auch schon J. Krieger[6] hingewiesen hat. Der Wassergehalt des zur Extraktion benutzten Alkohols, die Korngröße und der Wassergehalt des Mehls beeinflussen die Ergebnisse. Nachdem bereits P. Duquénois[7] angegeben hat, daß die p_H-Bestimmung (colorimetrisch) zur Ermittlung der Acidität herangezogen werden kann, wird folgende Methode empfohlen: Mehl oder Teigwaren werden gemahlen und gesiebt (Seidensieb Nr. 120). In zwei 50 ml-Meßzylinder mißt man 5 ml Mahlgut ab (geht schneller als wiegen) und gibt in den einen Zylinder 10 ml und in den anderen 20 ml frisch destilliertes, ausgekochtes und abgekühltes

[1] Mahon, J. H., und R. A. Chapman: Analyt. Chemistry **23**, 1120 (1951); vgl. diese Z. **137**, 56 (1952).

[2] Analyt. Chemistry **24**, 832 (1952). Sugar Branch, Production and Marketing Administration, U. S. Dept. of Agric., Washington, D. C.

[3] Drug. Circ. **57**, 131 (1914).

[4] Ann. Falsificat. Fraudes **45**, 32 (1952). Laboratoire des Subsistances de la 8e Région Militaire.

[5] J. Berlie: Ann. Falsificat. Fraudes **27**, 277, 552 (1934); vgl. diese Z. **102**, 370 (1935); **107**, 147 (1936).

[6] Ann. Falsificat. Fraudes **43**, 13 (1950); vgl. diese Z. **133**, 383 (1951).

[7] Ann. Falsificat. Fraudes **30**, 412 (1937); vgl. diese Z. **118**, 189 (1939/40).

Wasser. Nach genau 2 min wird in beiden Mischungen der p_H-Wert mit der Glaselektrode elektrometrisch gemessen. (Genauigkeit des p_H-Meters 0,05 E.) Die beiden Meßwerte werden in Abhängigkeit von der zugefügten Wassermenge graphisch dargestellt. Durch Extrapolation auf einen Wassergehalt 0 ist der „korrigierte p_H-Wert" zu ermitteln. In einer Kurve wird die Abhängigkeit dieses Wertes von der Acidität (g H_2SO_4 in 100 g) angegeben. J. Koch.

Für die Bestimmung von Thiamin in Reis und Reiserzeugnissen ziehen C. M. Lyman, R. Ory, Mary Trant und Gene Rich[1] die Farbreaktion mit diazotiertem p-Aminoacetophenon heran, wobei der gebildete Farbstoff mit einer Mischung von gleichen Teilen Xylol und Isooctan extrahiert wird. Da im Reis die Hauptmenge des Thiamins (etwa 85%) in freier Form vorliegt, wird von einer enzymatischen Vorbehandlung zur Freilegung des in der Cocarboxylase gebundenen Vitamins B_1 abgesehen. Die Methode findet in der Betriebskontrolle Anwendung. — 15 g des fein gemahlenen Erzeugnisses werden 15 min mit 150 ml 0,2 n Schwefelsäure und einem in kleine Stücke zerteilten Blatt aschenfreien Filterpapiers gekocht. Nach Abkühlen und Zufügen von 90 ml 0,3 n Barytwasser und 1 ml 1%igem Bromkresolindicator wird durch tropfenweise Zugabe von 0,2 n Natronlauge auf einen deutlich blauen Farbton der Lösung eingestellt, einem p_H-Wert von 5,0—5,4 entsprechend. Man verdünnt in einem Meßzylinder auf 240 ml, mischt gut durch und filtriert. 160 ml des farblosen Filtrats werden in einem 1 Liter-Erlenmeyer-Kolben mit 100 ml einer alkoholischen Phenollösung (0,4 g Phenol in 1 l 95%igem Alkohol) versetzt. Nach Zugabe von 4 Tropfen Phenolrotindicator wird mit 0,2 n Natronlauge auf den Farbumschlag von Gelb nach Rot eingestellt. Dann gibt man folgendes Reagenziengemisch zum Extrakt: 1,6 ml Natriumnitritlösung (23 g in 100 ml Wasser), 1,6 ml p-Aminoacetophenonlösung (2,5 g in 9 ml konz. Salzsäure, mit Wasser auf 100 ml aufgefüllt), 20 ml Wasser und 50 ml einer Lösung von 60 g NaOH und 84 g $NaHCO_3$ in 1 l. Nach Zufügen von 8 ml der Xylol-Isooctanmischung (1:1) wird 1 Std lang mit jeweils 15 minutiger Unterbrechung geschüttelt. Man gießt dann in einen 300 ml Erlenmeyer-Kolben um, bis sich die Xylol-Isooctanschicht im Flaschenhals sammelt. Die Gehaltsbestimmung erfolgt durch Farbvergleich der Xylol-Isooctanschicht mit Standards, die aus 10, 20 und 30 μg Thiamin hergestellt sind oder genauer durch Messung im Spektrophotometer bei 520 mμ. L. Acker.

Für die Bestimmung des Frischheitsgrades der Milch verwendet D. P. Volotovskij[2] einen 70 × 9 mm großen Filterpapierstreifen, welcher mit einer alkoholischen Lösung von Bromkresolpurpur getränkt ist. Beim Eintauchen des Indicatorpapieres in die zu untersuchende Milch ändert sich der Farbton des Papieres je nach der Acidität der Milch. Graublaue und blaugrüne Färbung entspricht der Acidität einer frischen Milch von 18—20°, eine grüne Färbung entspricht einer Acidität von mindestens 22°, während eine gelbe Färbung, d. h. keine Farbveränderung auf eine bedeutend höhere Acidität der Milch hinweist. Bei Gegenwart von Soda oder Alkali in der Milch färbt sich das Indicatorpapier violett. A. Trofimow.

Eine Schnellmethode zur Schätzung des Chloridgehaltes in der Milch geben J. Jacquet und Y. le Nir[3] an. Um zu entscheiden, ob eine Milch von einem gesunden oder kranken Tier stammt, ist es nicht erforderlich, den Chloridgehalt

[1] Analyt. Chemistry **24**, 1020 (1952). Texas Agric. Exper. Station, College Station, Tex.

[2] Gig. i. San. (Hyg. u. Sanitätswes.) **1952**, H. 2, 51 [Russisch].

[3] Ann. Falsificat. Fraudes **45**, 21 (1952). Labor. départemental et régional de Biologie et d'Hygiène, Caen, Calvados.

genau zu kennen, es genügt nach Ansicht der Verff., zu wissen, ob dieser über 1,96 g/l liegt oder nicht (PIJANOWSKI, SUPINSKA u. MATUSZEWKI geben den Chloridspiegel der Milch mit 1,42 g/l, SARRAN mit 1,70 g/l, PORCHER mit 1,58 g/l und HUCKER mit 1,60 g/l an). Der Schnelltest wird wie folgt ausgeführt: In einem Reagensglas versetzt man 1 ml Milch mit 5 ml einer Lösung A (1,139 g $AgNO_3$, 200 ml 33%ige HNO_3, 60,0 g $(NH_4)Fe(SO_4)_2 \cdot 12\,H_2O$, Aqua dest. ad 1000,00) und gibt 1 Tropfen einer 0,1 n Kaliumrhodanidlösung zu. Bei einem Chloridgehalt über 1,96 g/l entsteht eine mehr oder weniger intensive Rotfärbung. J. KOCH.

Zur Schnellbestimmung des Wassergehalts in getrockneten Pflanzenteilen (Trockengemüse) empfehlen ELIZABETH A. MCCOMB und R. M. MCCREADY[1], das Wasser mit Formamid zu extrahieren und dann im Extrakt nach der KARL FISCHER-Methode[2] zu titrieren. Das Verfahren ist rascher auszuführen als die sonst übliche 40—100stündige Vakuumtrocknung bei 70° C[3]. — KARL FISCHER-*Reagens:* 84,7 g Jod resublimat. werden in 269 ml trockenem Pyridin (Wassergehalt nicht über 0,1%) gelöst, mit 667 ml trockenem absolutem Methanol (Wassergehalt nicht über 0,05%) und 64 g gasförmigem SO_2 versetzt. — *Zur Titration* benötigt man einen Magnetrührer und ein FISCHER-Titrimeter, bei dem der Endpunkt der Titration durch ein „magisches Auge" angezeigt wird, das so lange geschlossen bleibt, bis der geringste Überschuß an KARL FISCHER-Reagens es etwa 30 sec öffnet. Der Wasserwert des Reagenses, das in einer automatischen Bürette vor Luftfeuchtigkeit geschützt gehalten wird, muß täglich ebenso bestimmt werden, wie der Blindwert des Formamids. — *Zur Bestimmung* werden 500 mg gesiebte (40-Maschensieb) Probe im 250 ml-ERLENMEYER mit 10 ml Formamid unter Rühren gemischt und anschließend 40 sec auf einer heißen Platte auf 150° C (± 10° C) gehalten. Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur wird titriert. Der prozentuale Wassergehalt errechnet sich nach folgender Formel:

$$\text{Wasser in } \%: = \frac{100 \cdot (\text{Reagensverbrauch für Versuch—Blindwert}) \cdot (\text{Wasserwert})}{\text{Einwaage in mg}}$$

J. KOCH.

Eine einfache Methode zur Bestimmung der Feuchtigkeit in pflanzlichem Material (Kartoffeln, Erbsen) wird von H. F. LAUNER und Y. TOMIMATSU[4] beschrieben. Die Methode beruht auf einer Oxydation mit Kaliumdichromat und gestattet, bei ausreichender Genauigkeit 12 Bestimmungen in der Stunde auszuführen. — *Ausführung:* Das zu untersuchende Material wird gemahlen und gesiebt. Genau 0,25 g Substanz werden in einem 400 ml-Becherglas mit 25 ml 1,835 n-Kaliumdichromatlösung (enthaltend 90 g/l $K_2Cr_2O_7$ bei 20° C, Kristalle über Nacht bei 100—140° C getrocknet) und anschließend vorsichtig mit 10 ml konz. H_2SO_4 (1,84) übergossen. Unter Umrühren mit einem Magnetrührer steigt die Temperatur auf 87° C an. Nach 30 sec gibt man weitere 65 ml H_2SO_4 zu und verdünnt nach 10 min mit etwa 100 ml Wasser. — Es ist auch möglich, statt mit 65 ml konzentrierter Säure nur mit 30 ml zu arbeiten und dann schon nach 4 min mit 150 ml Wasser zu verdünnen. — Der Überschuß an Dichromat (Blindversuch) wird mit Ferroammonsulfatlösung elektrometrisch zurücktitriert (195 g $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6\,H_2O$ + 10 ml konz. H_2SO_4 gelöst in 1 l Wasser). Der Wassergehalt errechnet sich nach

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 437 (1952). West. Region. Res. Labor., Albany, Calif.

[2] Angew. Chem. **48**, 394 (1935); vgl. diese Z. **105**, 287 (1936). Vgl. auch E. EBERIUS, diese Z. **137**, 81 (1952).

[3] MAKOWER, B. und E. NIELSEN, Analyt. Chemistry **20**, 256 (1948).

[4] Food Technol. **6**, 59 (1952). Western Regional Res. Labor., Albany, Californien.

folgender Gleichung: % Wassergehalt = 100 (1 − $F \cdot D$). Darin bedeuten: F = Dichromatfaktor (für Kartoffel 0,01338; für Erbsen 0,01373). D = Verbrauch ml Dichromatlösung je Gramm Substanz. J. Koch.

Über die Genauigkeit quantitativer Zuckerbestimmungen in Pflanzenextrakten hat H. Wanner[1] Untersuchungen angestellt. Die bekannten maßanalytischen Methoden geben wohl bei reinen Zuckerlösungen zuverlässige Werte, versagen aber bei vielen Pflanzensäften, weil diese reduzierende Nichtzuckerstoffe enthalten, die sich auch durch die üblichen Reinigungsfällungen nicht sicher restlos entfernen lassen. Einwandfrei trennen und bestimmen kann man die Zucker in Pflanzensäften zur Zeit nur durch Chromatographie. — Die Untersuchungen wurden mit einem Alkoholextrakt von angekeimten grünen Erbsen durchgeführt. Setzte man darin die papierchromatographisch ermittelte Menge an monomeren Hexosen (Glucose + Fructose) gleich 100%, dann ergab die Kupferreduktionsmethode von M. Somogyi[2] 144% und die Ferricyanidreduktionsmethode von H. C. Hagedorn und B. N. Jensen[3] 355%. Die letzten beiden Methoden führten bei der Rohrzuckerbestimmung im Extrakt (Reduktionsdifferenz vor und nach Säurehydrolyse) zu rund 50% höheren Werten als die Papierchromatographie. — Der Erbsensaft war vor den Zuckerbestimmungen nicht enteiweißt worden. F. Neumann.

Zur Bestimmung von Tryptophan in Futtermitteln empfehlen J. Brüggemann, K. Drepper und Gude Drepper[4] eine neue spezifische Methode, die eine Modifikation der Indicanreaktion nach A. Jolles[5] darstellt. 7,5 g des bei 60° C getrockneten, fein gemahlenen und durch Ätherextraktion entfetteten Untersuchungsmaterials werden im Stickstoffstrom 20 Std unter Rückfluß mit 20%iger Natronlauge bei 130° C hydrolysiert. Das Hydrolysat wird zentrifugiert und mit 15 n Schwefelsäure neutralisiert. Die störenden Begleitsubstanzen werden alsdann an Permutit E adsorbiert. Die Tryptophanbestimmung wird dann wie folgt ausgeführt: 3 ml des gereinigten Hydrolysates werden mit 2 ml 2 n NaOH-Lösung und 5 ml „Präzipitat-Reagens" (75 g $HgSO_4$, 55 g $HgCl_2$ und 70 g kristallwasserhaltiges Natriumsulfat werden in einer Mischung von 850 ml Wasser und 68 ml Schwefelsäure [D 1,84] gelöst und auf 1 l mit Wasser aufgefüllt) versetzt. Nach Durchmischen wird das Reaktionsgemisch 20 min im Wasserbad bei 65° C gehalten und anschließend 30 min bei 20° C gekühlt. Der hierauf durch Zentrifugieren gewonnene Niederschlag ist mit 5 ml „Wasch-Reagens" (1 Teil Präzipitat-Reagens + 1 Teil 1 n Schwefelsäure) zu waschen, erneut zu zentrifugieren und schließlich in 6 ml n Salzsäure durch 10 min langes Einstellen in ein siedendes Wasserbad zu lösen. In einem Reagensglas versetzt man 5 ml der Lösung mit 1 ml Eisessig und 1 ml frisch bereiteter 0,05%iger Natriumnitritlösung und erhitzt 6 min im siedenden Wasserbad. Nach 10 min langem Stehen bei Zimmertemperatur gibt man 5 ml 20%ige Trichloressigsäure, 1 ml 3%ige methylalkoholische Thymollösung und 5 ml Obermayers Reagens (5 g $FeCl_3$ in 1000 ml 25%iger HCl gelöst) zu und hält das Ganze 10 min im kochenden Wasserbad, um es anschließend 10 min unter fließendem Wasser zu kühlen. Die entstandene Rotfärbung wird mit 5 ml Chloroform ausgeschüttelt und im Stufenphotometer mit Filter S 50 gegen einen Chemikalienblindwert gemessen. Die Eichkurve wird mit Futtermittelhydrolysaten aufgestellt, denen bekannte Mengen alkalischer Tryptophanlösung zugesetzt werden. J. Koch.

[1] Helv. chim. Acta **35**, 460 (1952). Univ. Zürich.
[2] J. biol. Chemistry **160**, 62 (1945).
[3] Biochem. Z. **135**, 46 (1923); vgl. diese Z. **68**, 317 (1926).
[4] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **289**, 211 (1952). Univ. München.
[5] Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. **84**, 310 (1913).

Die früher angegebene Methode zur Bestimmung von Carotin in grünen Blättern[1] (Gras) wird auf Spinatbrei angewendet[2]. Dabei zeigt es sich, daß die Mazeration des Breis wegfallen kann und die Extraktionsflüssigkeit, eine Mischung aus Aceton und Leichtbenzin, eine andere Zusammensetzung annehmen muß. Je höher der Wassergehalt des zu untersuchenden Materials ist, desto höher muß der Acetongehalt sein. Der Spinatsaft ist daher mit einer Mischung von 4 Teilen Aceton und 1 Teil Leichtbenzin zu extrahieren. — In Tabellen sind die Carotingehalte verschiedener grüner Blätter zusammengestellt. J. Koch.

2. Auf Handel, Industrie und Landwirtschaft bezügliche Methoden.

Ein Verfahren zur Analyse von Gemischen der Stickstoffoxyde beschreibt H. Kienitz[3]. *Mischungen von Stickstoffmonoxyd und Stickstoffdioxyd* können auf Grund der Oxydation zu Nitrat in konzentriert schwefelsaurer Permanganatlösung analysiert werden. Zur Durchführung der Bestimmung dient die in Abb. 1 wiedergegebene Gaspipette von bekanntem Rauminhalt. Nachdem man die Pipette evakuiert hat, läßt man eine bekannte Menge einer schwefelsauren 0,5 n $KMnO_4$-Lösung aus T einfließen und spült mit wenig Wasser nach. Hierauf wird das zu untersuchende Gasgemisch durch Hahn 1 bis zum Druckausgleich eingeleitet. Da Volumen, Druck und Temperatur bekannt sind, kann die Gasmenge unter Normalbedingungen berechnet werden. Nach Zugabe einer der angewandten Permanganatmenge äquivalenten Menge einer 0,5 n Ferrosulfatlösung läßt man die Flüssigkeit durch Hahn 2 in einen Erlenmeyer-Kolben ab und titriert mit Permanganatlösung zurück (Verbrauch P ml 0,5 n $KMnO_4$-Lösung). Man überführt alsdann in einen 500 ml-Meßkolben und füllt vorsichtig mit konzentrierter Schwefelsäure in kleinen Posten bis zur Marke auf, wodurch die Flüssigkeit einen Säuregehalt von 75—80% H_2SO_4 erreichen soll. 100 ml dieser Lösung werden nach Zusatz einiger Kristalle von Kaliumhydrogencarbonat mit 0,5 n Eisen(II)-sulfatlösung bis zum Auftreten der lachsroten Färbung des Komplexes $Fe_2(SO_4)_3 \cdot 2\,NO$ titriert. Bei der 1. Titration mit Permanganat werden für 1 Mol NO (22400 ml) 3 Äquiv., für 1 Mol NO_2 (22400 ml) 1 Äquiv. Permanganat verbraucht. Daher gilt die Beziehung

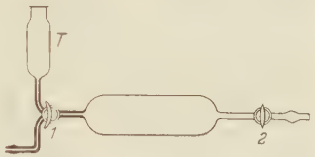


Abb. 1 Gaspipette zur Bestimmung der Stickstoffoxyde nach Kienitz.

$$P = 0{,}267\,a + 0{,}0893\,b, \qquad (1)$$

wenn mit a die Anzahl ml NO und mit b die Anzahl ml NO_2 unter Normalbedingungen bezeichnet werden. Die 2. Titration mit 0,5 n $FeSO_4$-Lösung ergibt den Gesamt-Stickstoffgehalt, da hier der gesamte entstandene Nitratstickstoff zur dreiwertigen Stufe (HNO_2 bzw. Nitrosylschwefelsäure $SO_2 \cdot OH \cdot ONO$) reduziert wird. 1 ml 0,5 n $FeSO_4$-Lösung entspricht 5,6 ml NO oder NO_2 unter Normalbedingungen. Bezeichnet man die so gefundene Stickstoffmenge mit N (ml), so ist

$$N = a + b. \qquad (2)$$

Aus den Gleichungen 1 und 2 können a und b berechnet werden.

Anwesendes *Distickstoffoxyd*, N_2O, wird bei den vorstehenden Titrationen nicht erfaßt. Zur Untersuchung N_2O-haltiger Gase entwickelte der Verfasser physikalische

[1] Analyst. (London) **75**, 568 (1950); vgl. diese Z. **133**, 387 (1951).

[2] *Analytical Methods Committee*, Analyst. (London) **77**, 171 (1952).

[3] Chim. analytique **34**, 83 (1952).

Methoden. Stickstoffdioxyd kann in Gasgemischen wegen seiner braunen Farbe neben den farblosen Gasen NO und N_2O colorimetrisch bestimmt werden. Man muß nur unter Bedingungen arbeiten, daß das temperaturabhängige Gleichgewicht $2\,NO_2 \rightleftharpoons N_2O_4$ praktisch quantitativ auf der NO_2-Seite liegt. Dies ist bei 50° C der Fall. N_2O und NO besitzen stark voneinander unterschiedene Absorptionsspektren im Ultrarot und können so bestimmt werden. NO_2 absorbiert ebenfalls im Ultrarot, aber sein Spektrum weicht von denen der beiden anderen Gase ab. — Zur *colorimetrischen NO_2-Bestimmung* wird das zu untersuchende Gasgemisch durch eine in einem Wasserbad von 50° C befindliche Küvette geleitet. Das Licht einer Lampe, die durch einen Transformator auf konstanter Spannung gehalten wird, passiert einerseits die Küvette mit dem zu analysierenden Gas, andererseits eine Vergleichsküvette und wird von einander gegengeschalteten photoelektrischen Zellen aufgenommen. Der erhaltene Strom gibt ein Maß für den NO_2-Gehalt. Er wird auf eine empfindliche Schreibvorrichtung übertragen. Man eicht den Apparat mit Gasproben, denen gemessene Mengen NO_2 zugesetzt wurden. — *Zur Bestimmung von NO und N_2O* dient der Ultrarotabsorptionsschreiber „Uras"[1], der im Prinzip wie folgt arbeitet: 2 in Serie geschaltete Ultrastrahler werden durch einen elektrischen Strom auf dunkle Rotglut gebracht. Die Ultrarotstrahlung eines dieser Stoffe geht durch eine Kammer mit dem zu untersuchenden Gas in eine darunter angeordnete Meßkammer. Die zweite Strahlung geht durch eine mit Luft gefüllte Vergleichskammer in eine zweite Meßkammer. Die Strahlungen werden periodisch gleichzeitig durch einen rotierenden Sektor unterbrochen. Auf diese Art wird die Erwärmung der Wände der Kammer ausgeschaltet und es wird nur die Erwärmung des Gases gemessen. Die Meßkammern, welche das in dem Gemisch zu bestimmende Gas enthalten, sind durch eine Membran getrennt, welche auf einen Druckunterschied in den beiden Kammern anspricht. Die Strahlung, die das zu untersuchende Gasgemisch passiert hat, ist je nach dessen Gehalt an absorbierendem Gas geschwächt, so daß die beiden Meßkammern je nach der Konzentration des zu bestimmenden Gases mehr oder weniger asymmetrisch erwärmt werden. Diese Variationen werden über die Membran auf ein Meßinstrument übertragen. Die Bestimmung von Stickoxydul, N_2O auf diesem Wege wird durch die beiden anderen Gase nicht gestört. Dagegen sind bei der NO-Bestimmung Korrekturen für anwesendes NO_2 und N_2O notwendig. Die Korrektur für den NO_2-Gehalt ist genau durchführbar, die genaue Korrektur für den N_2O-Gehalt ist dagegen vorläufig nur in Gasen möglich, welche außer N_2O nur sehr wenig NO_2 enthalten. Das Verfahren der Kompensation der Störungen durch die Begleitgase wird ausführlich erläutert. W. Gottwald.

Die Bestimmung kleiner Mengen von Dimethylamin in technischen Methylaminen erfolgt nach E. L. Stanley, H. Baum und Jessie L. Gove[2] auf Grund der Bildung des bernsteinfarbenen Cu(II)-dimethyldithiocarbamats in ammoniakalischer Lösung, das mit Benzol extrahiert und darin spektrophotometrisch bestimmt wird[3]. Das sehr störende Monomethylamin muß vor der Bestimmung entfernt werden. Hierzu absorbiert man die Amine in verdünnter Salzsäure und destilliert dann das Wasser in einem geeigneten Destillationsapparat (Abbildung im Original) nach Zugabe von Chloroform als azeotropes Wasser-Chloroform-Gemisch mit 2,5% Wasser bei 56,1° C ab[4]. Das in Chloroform praktisch unlösliche Monomethylaminhydrochlorid scheidet sich hierbei an den Gefäßwandungen und am

[1] Vgl. diese Z. **133**, 396 (1951).

[2] Analyt. Chemistry **23**, 1779 (1951). Rohm and Haas Co., Bridesburg, Philadelphia, Pa.

[3] Vgl. H. C. Dowden: Biochem. J. **32**, 455 (1938).

[4] Horsley, L. H.: Analyt. Chemistry **19**, 509 (1947).

Gefäßboden ab. Man destilliert etwa 1 Std lang vom Auftreten des ersten Niederschlages an gerechnet, um die letzten Wasserspuren zu beseitigen.

Ermittlung der Eichkurve: 1—20 ml einer verdünnten Dimethylaminsulfatlösung mit 7 μg Dimethylamin je ml verdünnt man in Schliffstopfen-ERLENMEYER-Kolben mit Wasser zu 20 ml und fügt 200 ml ammoniakalischer Cu-Lösung (50 g Ammoniumacetat + 5 g $CuSO_4 \cdot 5\,H_2O$ in 75 ml Wasser gelöst, mit Lösung von 25 g NaOH in 50 ml Wasser und 50 ml Ammoniumhydroxyd (D 0,95), versetzt und auf 250 ml mit Wasser aufgefüllt) und 20,00 ml 5 Vol%iger CS_2-Lösung in Benzol zu. Die Kolben stellt man 3 min in ein Wasserbad, schüttelt dann 30 sec heftig und mißt nach 10 min die Lichtabsorption der Benzolschichten gegen reines Benzol bei 434—440 mμ. Blindproben mit den Reagenzien sollen nur eine geringfügige Absorption ergeben. — *Analyse von Trimethylamin-Proben:* 25 ml 0,5—5 n Schwefelsäure und 1 Tropfen Methylrot bringt man in eine FOUST-Röhre und wägt. Hierauf läßt man die Probe bis zum Umschlag nach Gelb zur Säure fließen und wägt erneut. Den Basenüberschuß titriert man mit einigen Tropfen Säure zurück und verdünnt soweit, daß im ml etwa 1—5 μg Dimethylamin enthalten sind. 25 ml dieser Lösung behandelt man wie bei Ermittlung der Eichkurve beschrieben. Trimethylamin stört die Bestimmung nicht. — *Analyse von Monomethylamin-Proben:* Man läßt die Probe zu 50 ml 2 n Salzsäure fließen, ermittelt, wie vor beschrieben, die Einwaage und verdünnt die Lösung im 100 ml-Meßkolben zur Marke. Aus 5 ml dieser Lösung scheidet man das Monomethylamin nach Zusatz von 50 ml Chloroform wie oben angegeben ab, dekantiert die abgekühlte Chloroformlösung durch Glaswolle in einen trocknen 100 ml-Meßkolben und wäscht mehrmals mit trocknem Chloroform. Filtrat und Waschflüssigkeit verdünnt man auf 100 ml und gibt 5 ml hiervon in einen mit Glasschliff versehenen 125 ml-ERLENMEYER-Kolben, der 20 ml Wasser enthält. Das Chloroform vertreibt man auf dem Wasserbad ohne Wasserverlust und behandelt die zurückgebliebene wäßrige Lösung wie erwähnt. — Die Standardabweichung in einer Reihe von etwa 125 Bestimmungen (von 6 Analytikern ausgeführt) an 15 verschiedenen Produktionsmustern betrug ± 0,05% absolut. H. FREYTAG.

Zur Chloridbestimmung in Formamidlösungen empfehlen C. BERGER und L. R. DAWSON[1] a) die potentiometrische Titration des Chlor-Ions mit 0,1 n wäßriger Silbernitratlösung und b) die Methode von FAJANS mit Adsorptionsindicatoren. Bei der potentiometrischen Bestimmung taucht die Silber Silberchlorid-Elektrode in eine mit K_2SO_4 gesättigte Formamidlösung. Der Gebrauch von Silber- und Kalomelelektrode erweist sich als ungünstig. Die Bestimmung erfordert 30 min Zeit, weil sich die Gleichgewichte in diesen Lösungen langsam einstellen. Die Genauigkeit beträgt etwa 0,1—0,2 mg Cl. Die gleiche Genauigkeit wird bei der Titration nach FAJANS mit Dichlorfluorescein als Indicator unter Dextrinzusatz erreicht. Die MOHRsche Methode ist nicht anwendbar, weil die Löslichkeit des Silberchromats in Formamidlösungen erheblich größer ist als in Wasser. BRODERSEN.

Schädlingsbekämpfungsmittel. *Für die Bestimmung von Chlor, besonders in Insecticiden* empfiehlt H. T. GORDON[2] eine *Modifikation des Mikrodiffusionsverfahrens von* CONWAY[3]. Das in der äußeren Kammer der CONWAY-Zelle aus der Chloridlösung mit stark saurer Permanganatlösung freigesetzte Chlor diffundiert in die in der inneren Kammer befindliche gemessene Menge von Echtgrünlösung. Eine dem Chlor äquivalente Menge des Farbstoffes wird zerstört, der verbleibende Rest wird

[1] Analyt. Chemistry **24**, 994 (1952). Univ. of Kentucky, Lexington, Ky.

[2] Analyt. Chemistry **24**, 857 (1952). Div. of. Entomol. Parasitol., Univ. of California, Berkeley, Calif.

[3] CONWAY, E. J., Micro-Diffusion Analysis and Volumetric Error, 3rd ed., Chap. XXIV, XXIII, London, Crosby & Lockwood, 1950.

photometrisch bestimmt[1]. Bei Messung mit Filterphotometern (Spezial-Rotfilter) liegt die Erfassungsgrenze bei etwa 0,1 μg Cl, mit Spektralphotometern (625 mμ) bei etwa 0,02 μg Cl, unter Verwendung der Mikrozellen von O. H. Lowry und C. A. Bessey[2] kann die Empfindlichkeit weiter erhöht werden. Erforderlich sind 12 Conway-Mikrodiffusionszellen aus Borosilicatglas von 30 mm Durchmesser mit fest schließenden Deckeln. Bei Verwendung der vom Verf. angegebenen Apparatur diffundiert das Halogen innerhalb 30—45 min quantitativ in die Farbstofflösung. Die Werte sind auch dann reproduzierbar, wenn Reagensvolumen, Konzentration, Viscosität innerhalb weiter Grenzen verändert werden.

Gesonderte Arbeitsvorschriften werden angegeben für Chloridlösungen ohne Gehalt an Beimengungen, die mit $KMnO_4$ reagieren, für ebensolche Bromidlösungen, für Lösungen, die erhebliche Mengen Carbonate oder oxydierbare Begleitstoffe enthalten und für Extrakte aus biologischem Material, in Sonderheit für ölhaltige Extrakte. Bei Insecticiden kann man je nach dem vorliegenden Fall entweder das oxydations-labile oder das alkali-labile Chlor für die Analyse heranziehen. Für die Abspaltung des *Gesamtchlors* eignet sich die sonst vorzügliche Stepanoff-Methode (Natrium und Isopropanol) in diesem Mikrobereich nicht gut, weil das Natrium zu hohe Blindwerte verursacht. Die Reaktionen mit Na_2O_2 in der Parr-Bombe oder die Oxydation mit Silberdichromat und Schwefelsäure kommen in Betracht. Kaliumpermanganat und Schwefelsäure setzen bei Zimmertemperatur das organisch gebundene Chlor nur aus einigen der untersuchten Insecticide in Freiheit, meist auch nicht quantitativ. Außerdem ist diese direkte Oxydation ungünstig bei Extrakten aus biologischem Material (Spritzrückständen). Bevorzugt wird daher die Abspaltung des *alkali-labilen Chlors*, die mit Natrium-n-propylatlösung, und zwar unter verschiedenen Zeit- und Temperaturbedingungen, vorgenommen werden kann. Vorzugsweise arbeitet man bei 95° C und 30—40 min oder bei 25° und 60 min Zeitdauer. Hierdurch ergibt sich eine gewisse Möglichkeit, auch unbekannte Insecticide zu erkennen, bzw. sie in Gemischen nebeneinander zu analysieren, wenn ihre Reaktionsgeschwindigkeiten verschieden sind[3]. Dies ist z. B. bei *Chlordan* und *DDT* sehr ausgeprägt. Kein labiles Chlor enthalten *Aldrin* und *Dieldrin*, die somit von den übrigen chlorhaltigen Insecticiden analytisch getrennt werden können. Das Verfahren wurde an folgenden Insecticiden und Acariciden erprobt: *Aramite*, *Chlordan*, *Heptachlor*, *Lindan*, *Toxaphen*, *DDT*, *TDE* und *Methoxychlor*. Bei der Extraktion der Wirkstoffe aus biologischem Material sind noch folgende Gesichtspunkte zu beachten: Größere Extraktvolumina mit relativ flüchtigen Stoffen wie Lindan, Aldrin, Aramite können nur in besonderen Apparaten wie dem „Kuderna-Danish-Concentrator" verlustfrei eingeengt werden. Anorganisches Chlor, das bei der Extraktion eventuell mit eingeschleppt wird, muß dem Extrakt mit Wasser oder Schwefelsäure entzogen werden. Größere Mengen nichtinsecticider Extraktstoffe entfernt man durch Behandlung des Extraktes mit konz. Schwefelsäure[4] oder durch chromatographische Reinigung.

Zur Bestimmung von DDT und anderen insecticid wirksamen aromatischen oder hydroaromatischen Chlorkohlenwasserstoffen wie *Heptachlormethylcyclohexan*, *Hexachlorcyclohexan*, *Pentachlorcyclohexan* und *p-Dichlorbenzol* benutzen G. Vastagh, Erzsebeth Vastagh und Vilma Gervay[5] die Gesamtchlorbestim-

[1] Vgl. Gordon, H. T., Analyt. Chemistry **23**, 1853 (1951); vgl. diese Z. **138**, 288 (1953).

[2] J. biol. Chemistry **16**, 633 (1946).

[3] J. B. La Clair, Ind. Engng. Chem. anal. Edit. **18**, 763 (1946); Analyt. Chemistry **20**, 241 (1948); vgl. diese Z. **129**, 456 (1949).

[4] B. Davidow, J. Assoc. off. agric. Chemists **33**, 130 (1950).

[5] Arch. Pharmaz. **285**, 165 (1952). Chem. Abt. d. Staatl. Hygien. Inst., Budapest.

mung. Dieses Verfahren ist natürlich unspezifisch und nicht brauchbar, wenn sowohl Menge als Art des vorliegenden Insecticids unbekannt sind. Nach Diskussion verschiedener Verfahren, die mehr oder weniger spezielle Geräte erfordern, wird auf die einfache Methode von A. STEPANOFF[1] (Reduktion mit Natrium in Isopropanol) zurückgegriffen. Für dieses Verfahren sind schon mehrfach Abänderungen angegeben worden. Verfasser schlagen vor, die Substanz zur Verlangsamung der Auflösung des Natriums in Benzin vom Kp. 100° C (über Natrium destilliert) zu lösen und bei max. 0,02 g Chlor 0,5 g fein zerteiltes Natrium zu benutzen. Man schmelzt das Natrium unter höher siedendem Benzin und schüttelt kräftig bis zum Erstarren. Die feinen Kügelchen sind unter Benzin gut haltbar. Für die Reduktion, die bei gelindem Sieden während 1 Std stattfindet, setzt man 2 ml reinen Amylalkohol zu. Bei gestreckten pulverförmigen Präparaten verwendet man am besten nur den filtrierten Auszug in heißem Benzin. DDT-haltige Salben können direkt analysiert werden; treten nach der Reaktion keine störenden Färbungen auf, so kann man die Chlor-Ionen in der wäßrigen Phase auch ohne Abtrennung der Benzinschicht titrieren. Zur Bestätigung des Vorliegens von DDT kann man außerdem das bewegliche Chlor in bekannter Weise (durch Erwärmen mit 0,5 n isopropylalkoholischer Kalilauge) bestimmen. Gesamtchlor und bewegliches Chlor müssen bei DDT im Verhältnis 5:1 stehen.

B. L. SAMUEL[2] benutzte die Arbeitsweise von Th. H. HARRIS[3] *zur chromatographischen Bestimmung* von γ-Benzolhexachlorid für die Abtrennung von *Piperonylbutoxyd*, einem Pyrethrum-Synergisten. 80% des technischen Produktes kamen durch die Säule in ziemlich schmaler Bande und wanderten etwa ebenso wie γ-Benzolhexachlorid. Die Methode versagt aber bei Präparaten mit sehr geringem Gehalt an Piperonylbutoxyd, ebenso bei Anwesenheit von Benzolhexachlorid, Methoxychlor und Isobornylthiocyanacetat. An die chromatographische Abtrennung müssen sich also spezifische Bestimmungsmethoden anschließen. Hierfür kommen (mit Einschränkungen) in Betracht: die starke Absorption des Piperonylbutoxyds bei 290 mμ und das colorimetrische Verfahren von H. A. JONES[4].

Von den zahlreichen Methoden, die für die Analyse von *Benzolhexachlorid* bzw. *Lindan* (Präparate mit mindestens 99% γ-Isomer) beschrieben worden sind, stellt I. HORNSTEIN[5] als Berichterstatter des Ausschusses zur Prüfung von Analysenmethoden für Insecticide 4 Verfahren als besonders günstig und für eine Nachprüfung durch einen größeren Kreis von Versuchsanstellern geeignet hin. Es sind dies: 1. die colorimetrische Methode von J. D. FAIRING und W. F. PHILLIPS[6], die auf der Umsetzung von 80—120 μg Benzolhexachlorid mit überschüssigem Anilin zu einem Dichlordiphenylamin und Oxydation dieses Amins mit V_2O_5 in 50%iger Schwefelsäure zu einer violetten Verbindung (Abs.-Max. 555 mμ) beruht. Die Reaktion wird durch andere chlorhaltige organische Insecticide nicht gestört, erfordert aber sehr reines Anilin und Ausschluß von Wasser, Fett, Ölen und Wachsen. — 2. Die colorimetrische Methode von M. S. SCHECHTER und I. HORNSTEIN[7], bei der andere Halogen-Insecticide ebenfalls nicht stören. — 3. Die kryosko-

[1] Ber. dtsch. chem. Ges. **39**, 4056 (1906); vgl. diese Z. **48**, 643 (1909).

[2] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 391 (1952). Virginia Dep. Agric., Richmond, Va.

[3] J. Assoc. off. agric. Chemists **32**, 684 (1949).

[4] Noch unveröff.; erscheint in J. A. O. A. C. **35**, Nr. 3.

[5] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 366 (1952). Department of Agric., Beltsville, Maryland.

[6] Noch unveröffentlicht.

[7] Analyt. Chemistry **24**, 544 (1952).

pische Lindan-Analyse nach E. E. Toops jr. und J. A. Riddick[1]. — 4. Die mikroskopische Beobachtung der Erstarrung geschmolzener Proben zwischen gekreuzten Nicols nach C. I. Arceneaux[2]. Die nur bei Gehalten von mehr als 99% γ-Isomer auftretenden Fischgrätenmuster gestatten eine rasche Prüfung, ob „Lindan" vorliegt.

Das Insecticid Heptachlor (1, 4, 5, 6, 7, 8, 8-Heptachlor — 3a, 4, 7, 7a-tetrahydro-4,7-methano-inden) kann nach P. C. Polen und P. Silverman[3] weitgehend spezifisch auf Grund der Violettfärbung nachgewiesen und colorimetrisch bestimmt werden, die der Stoff mit einem Reagens gibt, das aus einer Lösung von Äthanolamin und Kaliumhydroxyd, beide 0,5 molar, in Butyl-Cellosolve (Äthylenglykolmonobutyläther) besteht. Man mischt gleiche Volumina der zu prüfenden Lösung in Benzol oder Hexan und des Reagenses und erhitzt unter Zugabe von Siedesteinchen 15 min im kräftig siedenden Wasserbad, wobei während der ersten 3 min ein Strom trockener Luft über die Flüssigkeit geleitet wird, um die Verflüchtigung des Lösungsmittels zu beschleunigen. Man kühlt dann in kaltem Wasser rasch ab. An der Rosa- bis Violettfärbung können noch 5 μg Heptachlor erkannt werden. — Für die quantitative Bestimmung werden die erhaltenen Lösungen mit 95%igem Alkohol auf ein geeignetes Volumen (z. B. 5, 10 oder 25 ml) aufgefüllt, so daß bei 564 mμ (Absorptionsmaximum) Durchlässigkeiten zwischen 25 und 75%, gemessen gegen 95%igen Alkohol, erzielt werden. Der Heptachlorgehalt wird einer mit reinem Heptachlor gewonnenen Eichkurve entnommen. Die günstigsten Bedingungen für die Erzielung gut reproduzierbarer Werte (Fehler $\pm$ 1,5—2%) sind: Konzentration an Heptachlor 0,15—0,45 mg/ml, 20 min Zeitintervall zwischen Herausnahme der Lösung aus dem Wasserbad und der Extinktionsmessung, Verwendung von mindestens 30 Tage altem Reagens. — Störungen der Analyse durch DDT, Hexachlorcyclohexan, Toxaphen, Aldrin und Parathion wurden nicht beobachtet, wenn bei 564 mμ oder in der Nähe gemessen wurde. Technisches Chlordan spricht jedoch bei der Methode an, weil es Verbindungen enthält, die ähnlich reagieren. Vorläufige Versuche haben gezeigt, daß bei Anwendung auf *biologisches Material* wie Milch, Gemüse, Obst keine Störungen der Farbreaktion auftreten, wenn die Extrakte durch kurze Säulen von Aluminiumoxyd oder Florex gegeben werden. Beim Eindampfen von Heptachlorlösungen in Benzol oder Hexan treten empfindliche Verluste auf, die sich jedoch durch Verwendung von Pentan fast völlig vermeiden lassen.

Nach Th. H. Harris[4] kann das colorimetrische Verfahren von Davidow und Harris[5] zur Analyse von technischem *Chlordan* vor allem durch den Ersatz des β-Naphthols durch Naphthalin verbessert werden. Eine verdünnte Lösung von Chlordan in Benzol gibt beim Erhitzen mit methanolischer Kalilauge, Pyridin und Naphthalin eine violette Färbung. Das Verfahren scheint aber auch in dieser Form vorerst nur auf flüssige Zubereitungen (in Petroleum), nicht jedoch auf Stäubemittel anwendbar zu sein.

Für die Analyse von *Dieldrin*, auch Verbindung 497 genannt (1,2,3,4,10,10-Hexachlor-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4,5,8-dimethanonaphthalin) haben Nicolet und Poulter sowie Swern[6] die Umsetzung des Äthylenoxydringes dieser

[1] Analyt. Chemistry **23**, 1106 (1951); vgl. diese Z. **136**, 76 (1952).

[2] Analyt. Chemistry **23**, 906 (1951); vgl. diese Z. **137**, 398 (1952).

[3] Analyt. Chemistry **24**, 733 (1952). Velsicol Corp., Chicago, Ill.

[4] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 376 (1952). U. S. Dep. Agric., Beltsville, Maryland.

[5] J. Assoc. off. agric. Chemists **34**, 672 (1951).

[6] D. Swern, Th. W. Findley, G. N. Billen und J. T. Scanlan: Analyt. Chemistry **19**, 414 (1947).

Verbindung mit 0.2 n wasserfreier ätherischer Salzsäure vorgeschlagen, wobei Salzsäure durch Addition verbraucht wird. D. Vita und L. de Angeli[1] finden dieses Verfahren wegen des nicht leicht zu bereitenden Reagenses und wegen ungenügender Genauigkeit wenig günstig und bevorzugen für die Bestimmung von Dieldrin die (natürlich unspezifische) Abspaltung des Gesamtchlors mit Natrium und Isopropanol in bekannter Weise und Titration der Chlor-Ionen nach Volhard. Sie gehen von Einwaagen aus, die 2 g Wirkstoff enthalten und lösen in 100 ml Petroleum. Etwas Äther kann gegebenenfalls zur Erleichterung der Auflösung zugefügt werden. Für die Einzelbestimmung dient 1 ml dieser Lösung, die mit 2,5 g Natrium und 25 ml Isopropanol umgesetzt wird. W. Fischer.

Die Trennung der als Unkrautvertilgungsmittel wirksamen 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure von beigemengten anderen chlorierten Phenoxyessigsäuren gelingt nach S. W. Stroud[2] durch Verteilungschromatographie zwischen Äthyläther und konzentriertem Phosphatpuffer in einer Kieselgursäule. Die abgetrennte 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure kann dann durch Titration mit Natronlauge bestimmt werden. *Ausführung.* Man vermischt 15 g Kieselgur mit 7.5 ml Natriumphosphatpufferlösung (p_H 6,35) (hergestellt aus 30%iger Natronlauge und gesättigter NaH_2PO_4-Lösung), füllt damit ein Glasrohr von 1,2 cm Weite und 40 cm Länge und durchtränkt die Säule mit Äther, den man vorher mit Pufferlösung geschüttelt hat. 2 ml der ätherischen Substanzlösung mit etwa 10 mg 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure bringt man unter leichtem Nachdrücken mit Luft auf die Säule und wäscht zweimal mit je 1 ml Äther nach. Zur Elution drückt man weiteren Äther (der wie auch vorher stets mit Pufferlösung durchgeschüttelt sein muß) durch das Rohr, fängt 30 Fraktionen von je 2,5 ml Eluat auf und titriert sie mit 0,002 n Natronlauge und 0,01%iger Bromthymolblaulösung als Indicator. Stellt man den Natronlaugeverbrauch (nach Abzug des Blindwertes für den Äther) in Abhängigkeit von der Fraktionsnummer graphisch dar, dann erhält man zuerst für 2, 4, 6-Tri-, danach für 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure ein gut abgegrenztes Maximum. Die Monochlorphenoxyessigsäuren bleiben bei p_H 6,35 auf der Kieselgur adsorbiert. Um auch sie voneinander zu trennen, muß man in einer zweiten Säule die Kieselgur mit einer stärker sauren Pufferlösung (und zwar von p_H 5,80) vermischen und auch den Äther mit dieser Pufferlösung durchschütteln. Das Tri- und das Dichlorderivat werden dann schon früher und außerdem gemeinsam eluiert (Maximum etwa bei der 10. Fraktion). Es folgt die 4-Chlorphenoxyessigsäure (Maximum bei der 20. Fraktion) und zuletzt die 2-Chlorphenoxyessigsäure (Maximum bei der 30. Fraktion; man fangt in diesem Falle insgesamt 40 Fraktionen auf). Zur Berechnung des Gehaltes in mg an den einzelnen Bestandteilen addiert man die ml Natronlaugeverbrauch der zusammengehörigen Fraktionen und multipliziert bei den Monochlorderivaten mit 0,373, beim Dichlorderivat mit 0,442 und beim Trichlorderivat mit 0,511. Bei der Analyse künstlicher Gemische aller vier Komponenten wurden etwa 98—104% der zugesetzten Mengen wiedergefunden. F. Neumann.

A. B. Heagy[3] gibt einen Sammelbericht einer Arbeitsgemeinschaft, wonach die alkalimetrische Bestimmung von *2,4-Dichlorphenoxyessigsäure*[4] auch auf manche Ester dieser Säure in Gegenwart von Seife, Säuren, Alkoholen und Ölen anwendbar ist. *Arbeitsvorschrift:* Eine Probemenge, die 0.7 g des Esters enthält, wird mit etwa 1 g

[1] Ric. Ist. Sup. Sanità **15**, 91 (1952). Ist. Sup. di Sanità, Rom.

[2] Analyst (London) **77**, 63 (1952). Boots Pure Drug Co., Ltd., Nottingham (Engl.).

[3] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 377 (1952). State Inspect. a. Reg., Serv. College Park, Md.

[4] Methods of Analysis of the Ass. of Off. Agr. Chem. p. 77, 7. Aufl. Washington D. C. (1950).

KOH und 90 ml 95%igem Äthylalkohol 1 Std im 250 ml-Schliff-Erlenmeyer unter Rückfluß verseift und nach dem Abkühlen mit 80 ml Wasser in einem 250 ml Scheidetrichter zweimal mit je 75 ml Petroläther extrahiert. Die Petrolätherschichten werden einige Male mit je 10 ml Wasser gewaschen, und diese Waschwässer zusammen mit den alkoholisch-wäßrigen Schichten auf dem Wasserbad bis auf etwa 50 ml eingeengt. Man verdünnt den Rückstand auf etwa 100 ml mit Wasser, kühlt ab und überführt in einen 200 ml-Meßkolben. Nach Zusatz einiger Tropfen Phenolphthaleinlösung und einiger Tropfen verdünnter Salzsäure (1:1) bis zum Verschwinden der Rosafärbung wird mit Ammoniaklösung (1:1) schwach alkalisiert. Man bringt auf etwa 150 ml, fällt die Fettsäuren durch langsamen Zusatz von 10 ml 10%iger Bariumchloridlösung, läßt 10 min stehen, füllt auf, schüttelt und filtriert (Filtrat auf Vollständigkeit der Fällung prüfen!). 100 ml Filtrat werden in einem 250 ml Scheidetrichter mit verdünnter Salzsäure (1:1) neutralisiert und mit 100 ml überschüssiger Säure angesäuert. Man schüttelt die wäßrige Phase zweimal mit je 75 ml Äther aus, wäscht die vereinigten Ätherextrakte mit etwa 3mal 10 ml Wasser mineralsäurefrei und bringt sie dann quantitativ in ein 400 ml-Becherglas. Nach Zusatz von 25 ml Wasser und Siedesteinchen verjagt man den Äther vorsichtig auf dem Wasserbad, verdünnt dann die wäßrige Mischung mit 100 ml neutralem Äthylalkohol und titriert mit 0,1 n Natronlauge (Ind.: Phenolphthalein oder Thymolphthalein). 1 ml 0,1 n Lauge entspricht 0,0221 g 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure.

Zur Bestimmung des Gesamtchlors in Gegenwart von Ölen und Emulgatoren wird eine modifizierte Arbeitsweise mit Hilfe der Parr-Bombe empfohlen. Ungefähr 1 g des flüssigen Unkrautvertilgungsmittels wird im bedeckten Glas mit Isopropylalkohol unter Beifügung von 1 g reinem Ätzkali und 25 ml Äthanol (95%ig) über 30 min hin auf dem Wasserbad gelöst und dann zur Trockne gebracht. 2 Std oder länger werden bei 120° C (bzw. wenn nötig bei 135—140° C) die enthaltenen Öle verdampft. Der Trockenrückstand wird dann in einem 50 ml Parr-Becher, mit 0,4 g pulverisiertem Rohrzucker + 0,7 g Salpeter gemischt, sodann sehr sorgfältig mit Na_2O_2 gleichmäßig möglichst unter Luftabschluß durchgearbeitet und dann in der Bombe entzündet. Nach dem Aufschluß löst man in gebräuchlicher Weise in geräumigem Glas in 100 ml Wasser, fügt einige Tropfen Phenolphthaleinindicator zu, neutralisiert mit konzentrierter Salpetersäure, übersäuert mit 5 ml im Überschuß. Die Bestimmung erfolgt nach Wahl elektrometrisch oder nach Volhard.

Bestimmung von *Kaliumcyanat* in Herbiciden: Man bereitet zunächst eine Waschlösung, die mit Hydrazodicarbamid gesättigtes Wasser ist, indem man etwas Kaliumcyanat und Semicarbazidhydrochlorid in Wasser mischt, filtriert, den Niederschlag mit Wasser wäscht, ihn dann in einer Flasche mit Wasser kräftig schüttelt und diese Lösung filtriert (Löslichkeit etwa 1:6600). Zur Analyse wird eine Probemenge, die 0,2—0,5 g KCNO enthält, in einem 100 ml-Becherglas mit 20 ml Waschlösung und 1 g Semicarbazidhydrochlorid versetzt. Nach 24 Std filtriert man durch einen Sinterglastiegel, wäscht mit 20 ml Waschlösung und trocknet bei 100° C bis zur Gewichtskonstanz. Berechnungsfaktor auf KCNO: 0,6868.

W. Fischer.

Nach R. Hill[1] kann man *2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure* (A) in Gegenwart von 2-Methyl-6-chlor- (B) und 2-Methyl-4,6-Dichlorphenoxyessigsäure (C) spektrophotometrisch bestimmen. Bei 279 mμ erreicht die Absorption der 2-Methyl-4-Chlorverbindung ein steiles Maximum. Dagegen absorbieren die beiden anderen Komponenten an dieser Stelle bedeutend weniger; außerdem liegen ihre Extinktionen bei

[1] Analyst (London) **77**, 67 (1952). Imper. Chem. Industries Ltd., Widnes Lab., Widnes (England).

275, 279 und 285 mμ auf annähernd geraden Linien, weshalb man ihren Einfluß rechnerisch ausschalten kann. Man mißt daher die Extinktion des Gemisches von A, B und C bei 275, 279 und 285 mμ und berechnet die Extinktion bei 279 mμ von A allein nach der Gleichung $E_{279}(A) = 6{,}224 \cdot E_{279}(A + B + C) - 0{,}6 \cdot E_{275}(A + B + C) - 0{,}4 \cdot E_{285}(A + B + C)$. Den Gehalt von A in Mischungen unbekannter Zusammensetzung entnimmt man einer mit reiner Substanz hergestellten Eichkurve. — *Ausführung.* Zur Reinigung, insbesondere von chlorierten Kresolen, schüttelt man die mit Salzsäure angesäuerte wäßrige Lösung des zu untersuchenden Präparates (z. B. *eines Unkrautvertilgungsmittels*) zunächst erschöpfend mit Chloroform aus, extrahiert die Säuren A, B, C aus der Chloroformlösung mit Natriumhydrogencarbonatlösung, säuert den Hydrogencarbonatextrakt mit Salzsäure an und schüttelt die Säuren wieder mit Chloroform aus, verdampft das Chloroform nach dem Trocknen mit wasserfreiem Natriumsulfat und löst den Rückstand zu einer Konzentration von 1 mg pro 1 ml Methanol. Nach weiterem Verdünnen mit Methanol auf 0,1 mg/ml mißt man die Extinktion bei 275, 279 und 285 mμ und wertet die Messungen wie oben angegeben aus. In künstlichen Mischungen von A, B und C wurde A mit einem Fehler von weniger als relativ 5% wiedergefunden.

F. Neumann.

Bis-(p-chlorphenyl)-methylcarbinol (abgekürzt DMC, Handelsname: *Dimite*) ist ein wertvolles Acaricid. Die Analyse des technischen Produktes wird dadurch kompliziert, daß eine ganze Anzahl nahestehender Verbindungen als Verunreinigungen aufzutreten pflegen: in erster Linie das Ausgangsmaterial 4,4′-Dichlorbenzophenon („DMC-Keton") und das Dehydratationsprodukt 1,1-Bis-(p-chlorphenyl)-äthylen („DMC-Äthylen"), in zweiter Linie auch das isomere 2,4′-DMC, -keton und -äthylen. Die 2,2′-Isomeren sind im allgemeinen nur in Spuren vorhanden. O. Grummit, D. Marsh und J. A. Stearns[1] geben folgende Möglichkeiten für die analytische Erfassung des tatsächlichen Wirkstoffes 4,4′-DMC an.

1. Binäre Gemische, die nur 4,4′-DMC und das Keton oder das Äthylen, aber keine 2,4′-Verbindungen enthalten, können durch Bestimmung des *Schmelz- oder Erstarrungspunktes* analysiert werden. Nachstehend die Schmelzpunkte:

DMC	Keton	Eutekt. (12,5% Keton)	Äthylen	Eutekt. (30% Äthylen)
69—69,5° C	144—145° C	56—64° C	84,5—86,0° C	54,5—56,0° C

2. *Dehydratation* durch 4stündiges Sieden einer Lösung in reinem Dioxan mit p-Toluolsulfosäure als Katalysator und nachfolgende Titration des abgespaltenen Wassers nach K. Fischer[2] gestattet die Bestimmung von DMC in Proben von 1,0 g mit einem maximalen, im Durchschnitt aber geringeren Fehler von ± 5%, auch wenn Keton und Äthylen zugegen sind. In Proben von 45 g kann man das Wasser volumetrisch nach Destillation mit Benzol bestimmen.

$$\% \text{ DMC} = \frac{\text{ml } H_2O \times 1483}{\text{Einwaage}}.$$

Das Dehydratationsverfahren ermöglicht aber keine Trennung der Isomeren.

3. Eine angenäherte Bestimmung von 4,4′-DMC neben 2,4′-DMC ist durch *Oxydation* von 35 g-Proben mit Chromsäure in Eisessig möglich, die beide Carbinole quantitativ in die Ketone überführt. Das Ketongemisch wird durch den Erstarrungspunkt (145,7° C bei 100% 4,4′-Keton; 128,8° C bei 70% 4,4′-Keton) analysiert. Da auch die Äthylenverbindungen in gleicher Weise oxydiert werden, muß ihr Gehalt

[1] Analyt. Chemistry **24**, 702 (1952). Sherwin-Williams Lab., West. Res. Univ., Cleveland, Ohio.

[2] Vgl. J. Mitchell jr., Analyt. Chemistry **23**, 1069 (1951). — J. Mitchell und D. M. Smith: „Aquametry". New York, Interscience Publishers, 1949.

nach 2. gesondert bestimmt werden. Die Berechnung, die im Einzelfall besonders durch weitere Verunreinigungen unsicher und verwickelt werden kann, führt in jedem Fall nur zu minimalen und maximalen Werten, zwischen denen die wahren Werte liegen.

4. Die Bestimmung der *UV-Absorption* in spektroskopisch reinem Isooctan eignet sich gut für die Analyse binärer und auch ternärer Gemische der drei 4,4′-Verbindungen (Carbinol, Keton, Äthylen). Carbinol und Äthylen zeigen den größten Unterschied in der Absorption bei 240 mμ. Aus der spezifischen Extinktion E_{240} errechnet man

$$\% \text{ 4,4′-DMC} = \frac{103{,}6 - E_{240}}{0{,}928}.$$

Die Bestimmung ist an 0,1—0,15 g-Proben innerhalb 1 Std mit einem maximalen Fehler von $\pm$ 2% möglich. Neben dem Keton wird das Carbinol durch Messung der spez. Ext. bei 260 mμ bestimmt. Berechnung:

$$\% \text{ 4,4′-Keton} = \frac{E_{260} - 2{,}9}{0{,}96} \qquad \% \text{ DMC} = 100 - \% \text{ Keton}.$$

Auch Keton und Äthylen können durch E_{210} und E_{260} nebeneinander bestimmt werden. In ternären Gemischen bestimmt man den Carbinolgehalt am besten durch die Zunahme des Äthylengehaltes nach einer mit Thionylchlorid in Skellysolve B vorzunehmenden Dehydratation. % 4,4′-DMC = 2,02 ($E'_{260} - E_{260}$). Der Zahlenfaktor dieser Gleichung berücksichtigt u. a. den Umstand, daß diese Dehydratation mit Thionylchlorid nur zu 88% verläuft. Die Genauigkeit dieses Verfahrens ist aber nur bei Gehalten zwischen 0 und 90% DMC befriedigend.

5. Kleine Mengen DMC (0,12—3,3 mg) können *colorimetrisch* in enger Anlehnung an das Verfahren von M. S. Schechter, S. B. Soloway, R. A. Hayes und H. L. Haller[1] für DDT bestimmt werden. Die Methode beruht auf einer Nitrierung und Umsetzung des Nitrierungsproduktes mit Natriummethylatlösung. Das für die Messung günstigste Absorptionsmaximum liegt bei 530 mμ. Der Fehler kann bei Mengen von 0,1 mg 25% betragen, bei 3 mg aber nur 0,4%. Bei etwa 1 mg kann mit einem Fehler von $\pm$ 2% gerechnet werden. — Die Arbeit enthält des weiteren Angaben über Löslichkeit, Flüchtigkeit und Zersetzlichkeit des DMC durch Wärme und Katalysatoren. Die hierfür nötigen Analysen wurden UV-spektrophotometrisch (Verfahren 4) durchgeführt.

F. J. Edwards[2] berichtet über größere Versuchsreihen (in 13 Laboratorien) zur vergleichenden Prüfung der beiden erfolgversprechenden Verfahren zur *Parathion*bestimmung, nämlich der Nitrit-Titrationsmethode von K. O'Keefe und P. R. Averell[3] und der polarographischen Methode von C. V. Bowen und F. J. Edwards[4]. Beide Verfahren bewährten sich gut bei technischem Parathion und pulverförmigen Zubereitungen, doch machen Störungen durch die Emulgatoren in 30%igen Konzentraten, die bei beiden Methoden auftreten, eine weitere Untersuchung erforderlich. Da das polarographische Verfahren keinen Vorteil gegenüber der Titrationsmethode hat, aber eine teure Apparatur benötigt, wurde es weiter nicht in Betracht gezogen. Das Tüpfeln auf Kaliumjodidstärkepapier bei der Nitritmethode sollte man vielleicht durch potentiometrische Endpunktsbestimmung ersetzen. W. Fischer.

[1] Ind. Engng. Chem. anal. Edit. **17**, 704 (1945); vgl. diese Z. **131**, 323 (1950).

[2] J. Assoc. off. agric. Chemists **35**, 381 (1952). U.S. Departmt. of Agric., Beltsville, Md.

[3] Analyt. Chemistry **23**, 1167 (1951); vgl. diese Z. **136**, 77 (1952).

[4] Analyt. Chemistry **22**, 706 (1950); vgl. diese Z. **133**, 237 (1951).

Namen- und Sachverzeichnis zum 138. Band.

Namenverzeichnis.

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung.)

Abel, E. Über die sogenannte „aktive Oxalsäure" 257. — Über die Luftbeständigkeit des Oxalat-Ions 257 (Or).

Abel, E., und Schmid, H. Über das Oxalato-Ion 257.

Adam, J., siehe Přibil, R.

Adams, R. N., siehe Reilley, Ch. N.

Adkins, H., und Billica, H. R. Darstellung von aktivem Nickel aus RANEY-Legierung 134.

Agazzi, E. J., siehe Peters, E. D.

Ågren, G., siehe de Verdier, C. H.

Alber, H. K., siehe Steyermark, Al.

Aldrich, Darstellung von Adrenalin 101.

Alexander, siehe Glazer.

Alexander, G. V., und Nusbaum, R. E. Spektrographische Bestimmung von anorganischen Bestandteilen in Sacchariden 52.

Alford, W. C. Mikro-Stickstoffbestimmung in organischen Substanzen 281.

Alford, W. C., und Daniel, J. H. Photoelektrisches Fluorometer 114.

Allen, J. S., siehe Burdrick, E. M.

Allinson. Bestimmung von Kreatin und Kreatinin 320.

Allison, D., siehe Smith, E. L.

Allouf, R., und Munier, R. Papyrographische Trennung von Nicotin- und N-methylpyridon-Derivaten 384.

Aluise, V. A., siehe Steyermark, Al.

Alvarez-Querol, M. C. Manganometrische Mikrotitration von Eisen 138. — Mikrobestimmung von Aluminium als Oxinat 196.

Ambrose, A. D., siehe Muir, S.

Amin, A. M., siehe Flaschka, H.

Amrein, E., siehe Treadwell, W. D.

Analytical Methods Committee. Bestimmung von Carotin in grünen Blättern (Spinatbrei) 455.

Anders, G., siehe Heyns, K.

Anderson, J. R. A., und Lederer, M. Papierelektrochromatographische Trennung des Kupfers von Platinmetallen 387.

Anderson, J. R. A., und Whitley, A. Bestimmung der R_f-Werte von Metallen in Ätherlösung 386.

Andersson, Th., siehe Fernlund, U.

de Angeli, L., siehe Vita, D.

Anisimova, K. M., siehe Syrkin, K.

D'Ans, J. Säule für Ionenaustausch 107.

Aoyama, M., siehe Fujita, A.

Armstrong, A. R., siehe Yoe, J. H.

Arnold, M., siehe Kuck, J. A.

Arny, H. V., und Peckhardt, E. G. Farbbestimmung von Zuckersirup 451.

Asmus, E. „Filterfehler" beim Photometrieren 407.

Asmus, E., und Garschagen, H. Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Chlor im Wasser 404 [Or]. — Über die Verwendung der Barbitursäure für die photometrische Bestimmung von Cyanid und Rhodanid 414 [Or].

Astaševa, A. A., siehe Jacimirskij, K. B.

Auclair, J. L., und Dubreuil, R. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Insektenblut 378. — Siehe auch Pratt, J.

Aven, M., und Freiser, H. Aluminiumbestimmung im Stahl 219.

Awe, W., und Naujocks, E. Nachweis von schwefelhaltigen Verbindungen durch die Jod-Azidreaktion 120.

El-Badry, H. M., und Wilson, C. L. Mikrometerinjektionsspritze 435.

Bagshawe, B. Farbreaktionen von Dithiol mit Metallen 312.

Bailey, H. C., und Knox, J. H. Getrennte Bestimmung von Aldehyden in Mischungen 289.

Bailey, J. R., und Read, W. T. Herstellung von Hydrazindiessigsäure 191.

Baker, B. B., siehe MacNevin, W. M.

Baldwin, E., siehe Moyle, V.

Ball. Verhalten von Ammoniumdichromat in der Hitze 186.

Ball, F. L., siehe Rickard, R. R.

Banks, C. K., und Hamilton, C. S. Bestimmung von Selen in organischen Substanzen 72.

Banks, Ch. V., siehe Carlson, A. B.

Barbe, siehe Blanzat.

Barci-Goyanes, C., siehe Burriel-Marti, F.

Barker, T., siehe Ellis, E. W.

Barnard, D., und Hargrave, K. R. Bestimmung organischer Peroxyde 146. — Bestimmung von Sulfoxyden durch Reduktion mit Titan(III)-salzlösung 146. — Analyse von Gemischen organischer Peroxyde und Sulfoxyde 147.

Barnes, H., und Folkard, A. R. Nitritbestimmung 133.

Barron, E. S. G., siehe Michaelis, L., sowie Redfield, R. R.

Barteld, K., und Hofmann, W. Sauerstoffbestimmung in Blei 308.

Bartha, L., siehe Szabó, Z. G.

Bastick, M., siehe Guérin, H.

Bate-Smith, E. C., und Westall, R. G. Genauigkeit der R_f-Bestimmung 323.

Baum, H., siehe Stanley, E. L.

Baumgarten, P. Farbnachweis von Pyridin 297.

Baxter, N., siehe Daglish, C.

Bechtel, H., siehe Fischer, J.

Beck, J. E., und Pro, M. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Phosphorsäure in Wein 447.

Beckett, A. H., Camp, R. M., und Martin, H. W. Bestimmung Alkalisalze von Carbonsäuren 227.

Beckman, H. F., siehe Claborn, H. V.

Beckmann, E., und Waentig, P. Darstellung von Jodpyridin 106.

Belcher, R., und Mott, R. A. Wirksamkeit von Exsiccatoren 125.

Belcher, R., und West, T. S. Bestimmung von Spurenmengen Hydrochinon 295. — Quecksilber(I)-nitrat als reduktometrisches Reagens 118.

Belli, L., siehe Wallach, O.

Benedetti-Pichler, A. A., siehe Bromund, W. H.

Berger, C., und Dawson, L. R. Chloridbestimmung in Formamidlösungen 457.

Berger, R., siehe Paget, M.

Berges, siehe Serrano, B., L.

Berman, N., Ruof, C. H., und Howard, H. C. UV-Absorptionsspektren von Benzolcarbonsäuren 296.

Bermejo-Martinez, F. Trocknungsmethoden durch Infrarot-Bestrahlung 124.

Bernal Nievas, J., und Serrano Berges, L. Potentiometrische Bestimmung von Oxydationsmitteln bei Cu-Anwesenheit 122.

Bernasconi, E., siehe Treadwell, W. D.

Bernhart, D. N., siehe Smith, G. F.

Berret und Poirier. Silicagel-Jodpentoxyd-Schwefelsäure-Gemisch zur Co-Oxydation 74.

Berridge, N. J. Bestimmung der Gerinnungszeit von mit Lab versetzter Milch 156.

Berrod, F., siehe Fabre, R.

Berthold, H. J., siehe Fehér, F.

Bertholdt, H., siehe Graf, E.

Bessey, O. A., Lowry, O. H., Brock, M. J., und Lopez, J. A. Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 237. — Siehe auch Lowry, O. H.

Besso, Z., siehe Monnier, D.

Bethge, P. O. Colorimetrische Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Sulfid 201.

Beukenkamp, J., siehe Sweet, R. C.

Bevenue, A., und Williams, K. T. Nachweis von Aldehyden mit Orcin 144.

Beyersdorfer, P. VAL — Praktisches Rechnen mit chemischen Äquivalenten 427 [L].

Bezděk, M., und Okáč, A. Bestimmung von Titan neben Eisen 196.

Bieri, J. G., und Schultze, M. O. Bestimmung von Vitamin A und Carotin in Blut 237.

Billen, G. N., siehe Swern, D.

Billica, H. R., siehe Adkins, H.

Biltz, W., und Wilke-Dörfurt, E. Analyse von Rubidium- und Cäsiumpolysulfid 245.

Bionda, G. Alkalitätsbestimmung von Hypochloritlösungen 159.

Biro, V., siehe Wizinger, R.

Black jr., H. C. Bestimmung von Natriumcarboxymethylcellulose in Waschmitteln 393.

Blanzat und Barbe. Bestimmung von Sauerstoff in Kohlen 74.

Blasius, E., und Wachtel, U. Versuch des Nachweises eines polaren Jodpyridinkomplexes mittels Ionenaustauscher 106 [Or].

Bleeksma, J., Kloos, G., und di Giovanni, H. J. Dünnschichtpulvermethode zur Analyse durch Röntgenstrahlen 117.

Boas, K. Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Bock, E., siehe Bock, R.

Bock, R., und Hackstein, K.-G. Die Bestimmung sehr kleiner Mengen von Indium 337 [Or]. — Die elektrolytische Abscheidung von Elementen an Quecksilberkathoden 339 [Or].

Bock, R., Kusche, H., und Bock, E. Über die Trennung anorganischer Stoffgemische durch Verteilung. 8. Mitteilung. Die Verteilung von Metallbromiden zwischen wäßrigen HBr-Lösungen und Diäthyläther 167 [Or].

Bode, F., siehe Hübener, H. J.

Bodener, A. E. R., siehe Treadwell, W. D.

de Boeck, A., siehe Drèze, A.

Boltz, D. F., und Mellon, M. G. Molybdändiphosphorsäure als Hilfsmittel bei der Zirkonbestimmung 198. — Siehe auch Kiefer, E. W., sowie Vespe, V. C.

Bonnin, A., und Süe, P. Papierchromatographische Trennung von Phosphaten, Phosphiten und Hypophosphiten 386.

Borghi, M., und Maurandi, V. Bestimmung von Invertzucker 149.

Bortolotto, Th. R., siehe Buckley, jr., E. S.

de Bosch-Ariño, F. A., und de la Rubia-Pacheco, J. Photometrische Mikrobestimmung von Jodiden 205.

Bowen, siehe Hinshelwood.

Bower, J. H. Wirksamkeit von Exsiccatoren 125.

Boyle, A. J., siehe Zak, B.

Bozon, H., und Bozon, S. Bestimmung von Aluminium in Ferrosilicium und Silicoaluminium 312.

Bozon, S., siehe Bozon, H.

Brabson, J. A., Karchmer, J. H., und Katz, M. S. Phosphorbestimmung 306.

Bradbury, R. B. Mikrobestimmung von Glycerin in Fetten 314.

Brandon, A. L. Eisenbestimmung in Bier 449.

Braunsberg, H., und Osborn, S. B. Fluorimetrische Bestimmungen 114.

Brentano, J. C. M. Dünnschichtpulvermethode zur RÖNTGEN-Analyse 117.

Brewer, C. R., siehe Dulberg, J.

Brewster, D. A. Colorimetrische Bestimmung von Bor in Aluminium 390.

Bricker, C. E., siehe Furman, N. H.

Brindle, T., und Wilson, C. L. Mikromanipulator zur Untersuchung von Gammamengen 435.

Brock, M. J., siehe Bessey, O. H.

Broeg, C. B., und Walton jr., C. F. Bestimmung der Farbe von Rohrzuckersirup und -melasse 451.

Bromund, W. H., und Benedetti-Pichler, A. A. Probierwaage für mikrochemische Analysen 124.

Brooke, M. Aluminiumbestimmung in Wasser bei Anwesenheit von Mangan 214. — Cyanidbestimmung 415.

Brown, C. W. Bestimmung von Schwefel in Leuchtölen nach der Lampenmethode 391/92.

Brown, D. G., siehe Schoch, E. P.

Brown, J. S., siehe Fisher, F. B.

Brüggemann, J., und Drepper, K. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Futtermitteln 379.

Brüggemann, J., Drepper, K., und Drepper, G. Bestimmung von Tryptophan in Futtermitteln 454.

Brugirard, C., und Tavernier, J. Bestimmung von Tannin usw. in Apfelwein und Birnenmost 448.

Brunisholz, G. Vorrichtung mit Schwimmerventil, Hilfsmittel zur Analyse mittels Ionenaustausch 189.

Bryant, W. M. C., siehe Smith, D. M.

McBryde, W. A. E., und Yoe, J. H. Extraktion von Edelmetallbromiden mit organischen Lösungsmitteln 167.

Buch, M. L., Montgomery, R., und Porter, W. L. Papierchromatographischer Nachweis organischer Säuren 375. — Veränderlichkeit der R_f-Werte 328.

Buck, siehe Larsen.

Buckley jr., E. S., Gibson, J. G., und Bortolotti, T. R. Calcium- und Magnesiumbestimmung durch Komplexontitration in Plasma oder Serum 271.

Budwig, J., siehe Kaufmann, H. P.

Bückert, H. Bedeutung des Abreißbogens für die Spektralanalyse 361.

Burdrick, E. M., und Allen, J. S. Bestimmung ätherischer Öle in Fruchtsäften 299.

Burel, R., siehe Nicolas, L.

van der Burg, J., siehe Kruisheer, C. J.

Burriel, F., und Pino, F. Acidimetrische Bestimmung von Palladium 213.

Burriel-Marti, F., und Barci-Goyanes, C. Thermowaage, neues Modell 192.

Burriel-Marti, F., und Lucena-Conde, F. Bestimmung von Kupfer mittels Quecksilber(I)-nitrat 119.

Buscarons, F., und Capitán, F. Analytische Verwendung von Thioglykolamiden 119.

Bush, G. H., und Higgs, D. G. Borbestimmung in borhaltigen Legierungen 217.

Butler, J. P., siehe Diehl, H.

Byé, J. Extraktion von $MoO_3 \cdot 2\,HCl$ mit Äther 178.

Byrne, R. E. Bestimmung von Acetonspuren 142.

Camp, R. M., siehe Beckett, A. H.

Campbell, A. D., und Morton, J. E. Bestimmung von an Kohlenstoff gebundenen Methylgruppen 289.

Campbell, T. W., siehe McCullough, I. D.

Campen, W. A. C., und Geerling, H. Colorimetrische Methoden zur Bestimmung von Kobalt 208.

Capitán, F., siehe Buscarons, F.

Cárceles, F., siehe Sierra, F.

Carlsohn, H. Jodpyridinkomplex 106.

Carlson, A. B., und Banks, Ch. V. Spektrophotometrische Bestimmung von Silicium in Gegenwart von Zr, Be, Al, Ca 440.

Carlton, J. K. Mikro-Extraktions-Pipette 199. — Siehe auch West, Ph. W.

Carr, Ch. W. Amperometrische Titration von Chlorid in Plasma und Urin 395.

Carter, R. H. Fettextraktion aus Milch 76.

Cartwright, L. C., Snell, C. T., und Kelley, P. H. Organoleptische Prüfung von Lebensmitteln 446.

Casini, A. Gehaltsbestimmung von Alkalijodiden 206.

Cassel, M., siehe Kikindai, M. T.

Cassidy, H. G., siehe Kowkabany, G. N.

Castiglioni, A., und Nivoli, M. Papierchromatographische Trennung des Piperazins vom Hexamethylentetramin 187 [Or]. — Über Piperazinbestimmung. VII. Mitteilung 186 [Or].

Castro, R., und Loude, R. Spektrochemische Untersuchung von Stahlwerksschlacken 364.

Cefola, M., siehe Ryan, J. C.

Celsi, S. A., und Copello, M. A. Maßanalytische Bestimmung von Jodid 205.

Čemodanova, L. S. Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in Luft 305.

Chain, E. B., siehe Pirt, S. J.

Chalizova, O. D., und Voroncova, E. I. Nachweis und Bestimmung von Dichlordifluormethan in Luft 303.

Chapman, R. A., siehe Mahon, J. H.

Chapon, L. Auswechselbares Vorlage-Gerät für Säulenchromatographie 53.

Charlot, G. Nachweis von Thioglykolsäure durch Eisenchlorid 260.

Chase, J. D., siehe Zak, B.

Chelle, L., siehe Denigès, G.

Chenery, E. M. Bestimmung von Kalium als Kaliumsilberkobaltnitrit 436.
Cheronis, N. D., und Vavoulis, A. Identifizierung von organischen Verbindungen durch ihre Derivate 287.
Cherrier, N., siehe Munier, R.
Chevillard, L., Condemine, R., Guillot, G., Marnay, C., und Raoul, Y. Mikrobiologische Bestimmung der Nicotinsäure und des Lactoflavins 398.
Chirnside, R. C., Dauncey, L. A., und Proffitt, P. M. C. Einfluß des Säuregehaltes bei elektrolytischer Chromabscheidung 348.
Chlopin, N. Ja., Litniova, N. S., und Privalova, K. P. Polarographische Zinkbestimmung in Nahrungsmitteln 446.
Chwala, A., und Martina, A. Wasserenthärtung 91.
Claborn, H. V., und Beckman, H. F. Bestimmung von „Methoxychlor" in Milch und Fetten 76.
Claesson, P. Nachweis von Thioglykolsäure mit Bleiacetat 261.
Clavera-Armenteros, J. M^a., und Fernández-Sánchez, L. Bestimmung von Jod in organischen Substanzen 70.
Clegg, D. L., siehe Müller, R. H.
Clifford, A. F., Jack, W. M., und Lewis, R. N. n-Butylphosphat zum Ausschütteln des Eisenrhodanidkomplexes 219.
Cogbill, E. C., siehe Yoe, J. H.
McComb, E. A., und McCready, R. M. Wassergehalt in getrockneten Pflanzenteilen (Trockengemüse) 453.
Comessati, G. Farbreaktion zum Adrenalinnachweis 101.
Commission du Lait. Richtlinien zur Milchuntersuchung 153.
Condemine, R., siehe Chevillard, L.
Conrad, A. L. Verbrennung von Petroleumprodukten in der Sauerstoffbombe 391.
Consden, R., Gordon, A. H., und Martin, A. J. P. Abhängigkeit des R_f-Wertes von Begleitstoffen 329. — Streuung der R_f-Werte 323.
Consden, R., Gordon, A. H., und Synge, R. L. M. Abhängigkeit zwischen Startlinie und Entwicklungsphase bei der Papierchromatographie 329.
Cook, A. H., und Levy, A. L. Genauigkeit der R_f-Werte bei der Papyrographie 323.
Copello, M. A., siehe Celsi, S. A.
Coppens, R. Bestimmung von Citronensäure in Milch 181.
Corbett, J. A. Bestimmung von Sauerstoff in Titan 310.
Corlis, Ch. H., siehe Scribner, B. F.
Cornelis, K., siehe Wachsmuth, H.
Costillo-Rodriguez, L., siehe Mallol-Garcia, A.
McCoy, J. W. Analyse von Industriewässern durch Ionenaustausch 430.
McCready, R. M., Shepherd, A. D., Swenson, H. A., Erlandsen, R. F., und Maclay, W. D. Gehaltsbestimmung der Pektinsubstanzen aus Citrusfrüchten 152. — Siehe auch McComb, E. A.
Csányi, L., siehe Szabó, Z. G.
Čujko, V. T. Bestimmung von Nickelspuren 140.
McCullough, I. D., Campbell, T. W., und Krilanovich, N. J. Bestimmung von Selen in organischen Verbindungen 72.
Cunningham, B. B. Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 427.
Curtius, Th., und Trachmann, O. Darstellung von m-Nitrobenzhydrazid 293.

Daglish, C. Vitamin C-Bestimmung in Walnußextrakten 400.
Daglish, C., Baxter, N., und Wokes, F. Vitamin C-Bestimmung in Walnußextrakten 400.
van Dalen, E. Nitratbestimmung durch katalytische Reduktion 134. — Versuche zur Nitratbestimmung als Ammoniak 135.
van Dalen, E., und van't Riet, B. Nachweis von Quecksilber(II) mit Kupfer(I)-jodid 193.
Daniel, J. H., siehe Alford, W. C.
Daniels, siehe Williams.
Darnet, L. M. Bestimmung von Kreatin, Kreatinin und chromogener Substanz in biologischem Material 320.
Davidow und Harris. Colorimetrierung von technischem Chlordan 460.
Davidow, B. Verwendung von Schwefelsäure zur Zerstörung von Extraktstoffen in Schädlingsbekämpfungsmitteln 458.

Davis, M. M., siehe Riddick, J. A.

Dawson, J. A., siehe Webster, J. G.

Dawson, L. R., siehe Berger, C.

Dauncey, L. A., siehe Chirnside, R. C.

Daurat, A. Qualitätsbestimmung von Trockenei 301.

Decker, P., und Riffart, W. Flekkengröße in der Papyrographie 322.

Decker, P., Riffart, W., und Wagner, H. Chromatographie von Eiweißhydrolysaten 377.

Degens jr., P. N., siehe Gouverneur, P.

Deibner, L. Mikrotitration bei Verwendung von Fluorescenzindicatoren 114.

Deinum, H. W., und Goedkoop, M. L. Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes in Kohlen 75.

Dekker, A. O., siehe Schroeder, W. A.

Delaney, J. C., und Owen, L. E. Spektrochemische Untersuchung von Wismut und Bi-Pb-Legierungen auf Spurenelemente 51.

Demoen, P., und Janssen, P. Absorptionsspektren im Ultraviolett von Strychnin- und Brucinlösungen 298.

Demonceau, J. Analyse von Methadon 234.

Denigès, G. Silbernachweis durch Colorimetrie 127.

Denigès, G., und Chelle, L. Bromnachweis 157.

Denoël, A. Analysenverfahren zur Untersuchung pharmazeutischer Zubereitungen 227.

Desesa, M. A., und Rogers, L. B. Spektrophotometrische Bestimmung von Eisen und Schwermetallen 139.

Deshmukh, G. S. Maßanalytische Bestimmung des roten Phosphors mittels Cer(IV)-sulfat 135.

Deshmukh, G. S., und Sant, B. R. Jodometrische Bestimmung von seleniger Säure 277. — Maßanalytische Bestimmung des roten Phosphors 135.

Deuel, H., siehe Huber, G.

Dewald, W., und Schmidt, H. Apparat zur Trübungsmessung 92. — Phosphatgläser 92.

Dewald, W., Schmidt, H., und Neeb, K.-H. Beiträge zur analytischen Bestimmung der verschiedenen Phosphate nebeneinander. V. Prüfung von technischem $Na_5P_3O_{10}$ durch Bestimmung des Lösevermögens für Calciumoleat 91 [Or].

Diehl, H., und Butler, J. P. Trennung von Silber und Kupfer durch Elektrolyse 437.

Diemair, W., und Schwindling-Manderscheid, G. Der Einfluß der UV-Bestrahlung auf die Citronensäure der Milch 179 [Or]. — Erfahrungen mit der Vitamin D-Bestimmung auf chemischem Wege 1 [Or].

Dirscherl, A. Mikroanalyse von Goldoleosolen 128.

Dirscherl, A., Padowetz, W., und Wagner, H. Mikromethode zur Stickstoffbestimmung nach Unterzaucher 62.

Doadrio, A., siehe Montequi, R.

Dörner, H. Bestimmung der schwefligen Säure in Stärke und Sirup 300.

Doležal, J., siehe Přibil, R.

Domange, L., Nézamie, H., und Pinguet, A. Bestimmung von Acetanilid als Tribromanilin 229.

Domange, L., und Pinguet, A. Analyse pharmazeutischer Zubereitungen von Analgetica 228.

Donaldson, K. O., Tulane, V. J., und Marshall, L. R. Chromatographische Trennung von Fettsäuren an Silicagel 54.

Doro, B. Bestimmung von Aneurin in Nahrungsmitteln 240.

Dowden, H. C. Spektrophotometrische Bestimmung des Kupferdimethyldithiocarbamatkomplexes 456.

Drepper, G., siehe Brüggemann, J.

Drepper, K., siehe Brüggemann, J.

Drevon, M. B., und Oternaud, G. Bestimmung der Acidität von Mehl und Teigwaren 451.

Drèze, A., und de Boeck, A. Entsalzung von Lösungen der Aminosäuren durch Ionenaustausch 189.

Drommond, F. G., Rex, E. H., und Poe, C. F. Murexid-Reaktion des Coffeins 235.

Drozdov, N. S., und Matéranskaja, N. P. Colorimetrierung von Epihydrinaldehyd in Fetten 449.

Dubreuil, R., siehe Auclair, J. L.

McDuffie, B., und Hazlegrove, L. S. Manganabscheidung an Quecksilberkathode aus saurer Lösung 206. — Siehe auch Furman, N. H.

Dulberg, J., Roessler, W. G., Sanders, T. H., und Brewer, C. R. Nachweis von Hexose-Phosphorsäureestern in biologischem Material 319.

Dunn, M. S., und Porush, I. Stickstoffbestimmung in Glycin und Glycylpeptiden 66.

Dupaigne, P. Bestimmung ätherischer Öle in Fruchtsäften 299.

Ebert, A., siehe Rüst, E.

Eck, H., siehe Schöberl, A.

Edwards, F. J. Bestimmung von Parathion 464.

Eichhorn, F., siehe Rappaport, F.

Eipeltauer, E. Herstellung von B-Al-Legierungen 18.

Eipeltauer, E., und Jangg, G. Borbestimmungen in Aluminium-Borlegierungen 18 [Or].

Ekkert, L. Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Elias, V. E. Bestimmung von Magnesium im Blut 79.

Ellenburg, J. Y., siehe Owen, L. E.

Ellis, E. W., und Barker, T. Bestimmung von Thiolen in Kohlenwasserstoffgasen 390.

Elpem, siehe Larsen.

Emery, R. St. J. Bedeutung der Gasatmosphäre bei spektrochemischen Untersuchungen 361.

Ender, G. Beitrag zur analytischen Bestimmung von Trimetaphosphat neben anderen Phosphaten. Über die Trennung mit Bariumperchlorat und Anwendung der polarometrischen P_2O_5-Bestimmungsmethode 401 [Or].

Endröi, P., siehe Schulek, E.

Epars, L., siehe Wenger, P.-E.

Epstein, J. Cyanidbestimmung 415.

Erb, C., siehe Zerban, F. W.

Erlandsen, R. F., siehe McCready, R. M.

Etheridge, A. T. Einfluß des Säuregehaltes bei elektrolytischer Chromabscheidung 348.

van Etten, C. H. Mikrobestimmung des Verseifungsäquivalentes 392.

Ewald, H., und Hinterberger, H. Methoden und Anwendung der Massenspektroskopie 427 [L].

Fabre, R., Truhaut, R., und Berrod, F. Bestimmung von Kohlenoxyd im Blut 396.

MacFadyen, D. A., siehe van Slyke, D. D.

Faegin, F. J., siehe Thomas, B. W.

Fainer, P., und Myers, J. L. Bestimmung von Guanidin als Pikrat 292.

Faschalek, J., und Schubert, A. Reinheitsprüfung und Qualitätsbestimmung der p-Aminosalicylsäure (PAS) 229.

Fedoseev, P. N., und Ivašova, N. P. Gleichzeitige Bestimmung von Schwefel und Stickstoff in organischen Substanzen 67. — Stickstoffbestimmung in organischen Verbindungen 284.

Fehér, F., und Berthold, H. J. Beiträge zur Chemie des Schwefels. XIII. Die titrimetrische Bestimmung reiner Alkalipolysulfide 245 [Or].

Feldman, A., siehe Kratz, Ph. DeC.

Felix, K., Fischer, H., Krekels, A., und Rauen, H. M. Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Entwicklungsart 327.

Felix, K., und Krekels, A. Papierchromatographische Trennung der Dinitrophenylderivate von Aminosäuren 378.

von Fellenberg, Th. Bestimmung wasserlöslicher Proteine 301. — Kreatininbestimmung 157.

Fernández-Sánchez, L., siehe Clavera-Armenteros, J. Mª.

Fernlund, U., Zechner, S., und Andersson, Th. Bestimmung von Phosphor als Chinolinphosphormolybdat in schwedischen Eisenerzen 41 [Or].

Fiala, L., siehe Přibil, R.

Fidler, J. Abscheidung von Selen aus Selenitlösungen 277.

Findley, Th. W., siehe Swern, D.

Finkle, R. D., siehe Snyder, R. H.

Firestone, D., siehe Hiskey, C. F.

Fischer, E. Wasserbestimmung mittels des Karl-Fischer-Reagenses 216.

Fischer, H., siehe Felix, K.

Fischer, J., und Bechtel, H. Sauerstoffbestimmung in Metallen 308, 309.

Fischer, J., und Kraft, G. Studien zur analytischen Chemie der Säuren des fünfwertigen Phosphors. II. Die Bestimmung der freien Säure in Metall-Orthophosphatlösungen 81 [Or].

Fischer, R. B. Elektronenmikroskopische Prüfung von Bariumsulfat 438.

Fisher, F. B., und Brown, J. S. Photometrische Cyanidbestimmung 415.

Fitch, F. T., und Russell, D. S. Chromatographische Trennung des Lanthans von seltenen Erden 191.

Flaschka, H. Analyse von Zinkoxyden 336. — Die spezifische Titration von Zink und Cadmium mit Komplexon neben einigen anderen Metall-Ionen 332 [Or]. — Volumetrische Bleibestimmung mittels Komplexon III 272.

Flaschka, H., Amin, A. M., und Holasek, A. Eine neue Methode zur maßanalytischen Bestimmung von Kalium nach Fällung als Kaliumtetraphenylborat 241 [Or].

Flaschka, H., und Holasek, A. Bestimmung von Phosphat-Ion über Magnesiumtitration mittels Komplexon III 272.

Flaschka, H., Holasek, A., und Amin, A. M. Die acidimetrische Mikrobestimmung des Kaliums nach Fällung mit Tetraphenylborat-Ion 161 [Or].

Fleming, R. Nitroprussidreaktion auf Mercaptoverbindungen 260.

Fleury und Marque. Bestimmung von Quecksilber 273.

Förch, J. H. Verbesserung des Gasanalysenganges nach Hempel 123.

Folkard, A. R., siehe Barnes, H.

Fomičeva, N. I., und Melnikova, P. A. Colorimetrische Bestimmung von Dimethylanilin in Luft 305.

Fontán-Candela, J. L., Villar-Palasi, V., und Santos-Ruiz, A. Bestimmung von Vitamin D 400.

de Ford, D. D. Berechnung des pH-Wertes nach Brönsted 117.

Foss, O. Thiosulfatokomplex von zweiwertigem Tellur 277.

Fossoul, C. Colorimetrierung von Phenergan N. D. 234. — Untersuchungen über Antihistamine 234.

Franklin, A. E., und Quastel, J. H. Pufferlösungen für Papierchromatographie 380.

Fraser, A. M., siehe Scott, R. O.

Frederickson, D. R., siehe Johnson, R. A.

Freiser, H., siehe Aven, M., Steinbach, J., sowie Walter, J. L.

Freund, H., und Levitt, A. E. Mikrobestimmung von Niob 200.

Freytag, H. Vergleich einiger Nachweise von Mercaptoverbindungen 259 [Or].

Freytag, H., und Müller, A. 2-Benzylpyridin-Photoprodukt, zum Nachweis von Thioglykolsäure 262.

Fricker, A., siehe Schober, R.

Friedman, L., und Isra, A. P. Massenspektrometrische Gehaltsbestimmung von Deuterium in Wasser 269.

Fritz, J. S. Bestimmung von Aminen und Basen durch Titration in nichtwäßriger Lösung 58. — Siehe auch Keen, R. T., sowie Riddick, J. A.

Fuchs, D., siehe Rasmussen, H. B.

Fuchs, J., siehe von Zeppelin, H.

Fujita, A., und Aoyama, M. Bestimmung von Vitamin A durch Fluorescenzmessung 238. — Bestimmung von Vitamin A mit Glycerin-Dichlorhydrin (DH) 238.

Furman, N. H., Bricker, C. E., und McDuffie, B. Störung der Abscheidung an Quecksilberkathode durch Fremdmetalle 355. — Siehe auch Reilley, Ch. N.

Furness, W. Abhängigkeit der Halbstufenpotentiale an Hg-Elektroden von Tropfengröße, Diffusionsstromstärke und Potential 367.

Gabrielson, G., und Samuelson, O. Trennung von Aldehyden und Ketonen durch Ionenaustausch 190.

Gamble, L. W. Spektrochemische Bestimmung von Magnesium und Zirkon in Katalysatoren 48.

Gard, L. N. Bestimmung von Isopropyl-N-phenylcarbaminat (IPC) 77.

Garschagen, H., siehe Asmus, E.

Gaudefroy, Gh. Oxydation von dreiwertigem Arsen durch fünfwertiges Vanadin 276.

Gautier, J.-A., und Renault, J. Calciumbestimmung 130.

Gay, H., siehe Sievers, R. F.

Geerling, H., siehe Campen, W. A. C.

Gentry, C. H. R., und Mitchell, G. P. Spektralanalytische Bestimmung von Wolfram (*Carrier*-Methode) 50.

Gericke, S., und Kurmies, B. Bemerkungen zu: Scheffer und Pajenkamp, Colorimetrische Phosphorsäurebestimmung 268.

Gerthsen, C., und Pollermann, M. Einführung in das physikalische Praktikum zum Studium der Physik als Nebenfach 427 [L].

Gerway, V., siehe Vastagh, G.

Gibson, J. G., siehe Buckley jr., E. S.

Gillieson, A. H. C. P., und Newcombe, R. A. Spektrochemische Mikrobestimmung von organisch gebundenem Fluor 52.

Gillis, J. Begriffe der absoluten und praktischen Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 427.

Ginger. Bestimmung von Methylgruppen 289.

Giotti, A., und Maynert, E. W. Bestimmung von Diäthylbarbitursäure in Blut und Harn 319.

di Giovanni, H. J., siehe Bleeksma, J.

Gjems, O., siehe Lydersen, D.

Glazer und Alexander, Oberflächenwaage, Messung von Seifenlösungen 316.

Glazer, J., und Smith, T. D. Bestimmung von Natriumoleat in wäßriger Lösung 315.

Gnagy, M. J. Nachweis von Gummen in stärkehaltigen Salattunken 152.

Goa, J. Bestimmung von Nichteiweißstickstoff im Blutserum 396.

Goedkoop, M. L., siehe Deinum, H. W.

Goldberger, H., und Pöhm, M. Mikroanalyse hygroskopischer Flüssigkeiten 123.

Goldenberg, L. Einwirkung von CO_2 bei der Chloranalyse in Wasser 404.

Golubeva, M. T. Bestimmung von Tetranitropentaerythrit in Wasser 216.

Goodall, R. R., und Levy, A. A. Prüfung von Chromatogrammen durch Bacillenwachstumstest 374.

Goodall, R. R., und Mellor, N. Endpunktsbestimmung bei der Chloridtitration nach Kationenaustausch in Silberform 431.

Gopalo Rao, G., siehe Viswanadham, C. R.

Gorbach, G. Capillar-Colorimeter 115.

Gorbach, G., und Pfudl, H. Bestimmung von Vitamin A in Ölen, Ölsaaten und Preßkuchen 238.

Gorbach, G., und Pohl, F. Arbeitstechnik der spektrochemischen Bestimmung von Spurenelementen 46.

Gordon, A. H., Martin, A. J. P., und Synge, R. M. L. Abhängigkeit zwischen Startlinie und Entwicklungsphase bei der Papierchromatographie 329. — Siehe auch Consden, R.

Gordon, H. T. Bestimmung von Chlor in Schädlingsbekämpfungsmittel 457. — Mikro-oxydimetrische Bestimmungen an organischen Verbindungen 288.

Gore, P. H., und Hughes, G. K. Bildung eines Additionskomplexes aus Azoxygruppen durch H_2SO_4 296. — Mikronachweis von Azoxygruppen in aromatischen Verbindungen 296.

Gore, W. L. Statistical Methods for Chemical Experimentation 427 [L].

Goričan, K., und Malik, J. Spektrophotometrie von Eisenspuren 139.

Gotô, H., und Kakita, Y. Trennung von Selen und Tellur 276.

Gotô, H., und Ogawa, T. Trennung von Selen und Tellur 276.

Gottlieb, A. Eisenbestimmung in Reinkupfer 216.

Goudie, A. J., und Rieman III, W. Phosphatbestimmung in Erzen mittels Ionenaustausches 428.

Gould, E. S. Bestimmung von Selen in organischen Verbindungen 72.

Gouverneur, P., Schreuders, M. A., und Degens jr., P. N. Beseitigung von Fehlerquellen bei der direkten Sauerstoff-Bestimmung in der Elementaranalyse 60.

Gove, J. L., siehe Stanley, E. L.

Govindarajan, V. S., und Sreenivasaya, M. Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Weglänge 327.

Graf, E., und Bertholdt, H. Lithiumbestimmung in Quellwasser durch Ionenaustausch 190.

Graff, J., und Rittenberg, D. Mikrobestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 270.

Graham, R. P., und Maxwell, J. A. Abscheidung von Elementen an Quecksilberkathoden 339.

Gram, C. J. Kaliumbestimmung im Blut 79.

Granatelli, L., siehe West, Ph. W.

Grant, G. A., siehe White, W. H.

Grassmann, W., und Hannig, K. Extinktionsmessungen 379.

Greenfield, S., und Sparrow, L. E. Bestimmung orydischer Einschlüsse in Stahl 223.

Griffenhagen, G. B., Pfisterer, J. L. und Sloth, S. K. Komplexontitration von Calcium 270.

Groom, H., siehe Milner, G. W. C.

Grosjean, L. Nachweis und Bestimmung von Tedryl (N. D.) 235.

Grosse, A. V., und Kirshenbaum, A. D. Sauerstoffbestimmung in organischen Verbindungen durch isotopische Elementaranlayse 284.

Grote, W., und Krekeler, H. Schwefel- und Halogenbestimmung in organischen Verbindungen 286.

Grübler, Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Grummit, O., Marsh, D., und Stearns, J. A. Analyse von Bis(p-chlorphenyl)-methylcarbinol 463.

Guérin, H., und Bastick, M. Bestimmung von Sauerstoff in Kohlen 75.

Guerrero, A. H., siehe Lavigne, B. E.

Guha, B. C., und Pal, J. C. Ascorbigen in Pflanzenmaterial 383.

Guillot, G., siehe Chevillard, L.

Gunn, E. L., und Powers, J. M. Spektrochemische Bestimmung metallischer Verunreinigungen in Petroleum 365.

Gutiérrez-Gutiérrez, L., Colorimetrische Eisenbestimmung 138.

Gysel, H. Halbautomatische, mikrogasvolumetrische Bestimmung von Stickstoff in der Elementaranalyse 63. — Schnellbestimmungsmethode von Stickstoff in organischen Verbindungen 63.

Gysling, H., und Schwarzenbach, G. Untersuchungen über Methin-bisbarbitursäure 406.

Hackstein, K.-G., siehe Bock, R.

Hadorn, H. Kreatininbestimmung 157.

Hadorn, H., und Jungkunz, R. Bestimmung des Eigehaltes von Eierteigwaren 301.

Haenni, Qualitätsbestimmung von Trockenei 301.

Hänsel, R., siehe Hörhammer, L.

Hagdahl, L., siehe Tiselius, A.

Hahn, F. L. Nitratbestimmung in Wasser 214.

Hais, I. Papierchromatographische Analyse von 4-Oxycumarinderivaten in Harn und Blut 382.

Hais, I., Kakáč, B., und Morávek, I. Papierchromatographische Oxycumarinbestimmung in Harn 382.

Hall, W. L., siehe Sweeney, J. P.

Hamilton, C. S., siehe Banks, C. K.

Hamilton, P., siehe van Slyke, D. D.

Hanna, J. G., siehe Siggia, S.

Handschumacher und Linteris, Bestimmung von Monoglyceriden 292.

Hanemann, H., siehe Krypko, K. W.

Hanes und Isherwood, Molybdänkomplex als papierchromatographischer Nachweis von Phosphorsäuren 386.

Hanke, M. E., siehe Kendrick, A. B.

Hannig, K., siehe Grassmann, W.

Hardwick, R. B., Johnston, M. V., und Picard, C. W. Bestimmung von Brom in α-Bromacylcarbamiden, Carbromal und Bromvaleton 233.

Hargrave, K. R., siehe Barnard, D.

Harris, siehe Davidow.

Harris, L. J. Thioglykolsäurenachweis 260.

Harris, Th. H. Analyse von technischem Chlordan 460. — Chromatographische Bestimmung von γ-Benzolhexachlorid 459.

Harris, W. W., siehe Rickard, R. R

Hartman, L., und White, M. D. L. Blindwertfreies Lösungsmittel zur Peroxydbestimmung in Fetten 450.

Hartmann, H., Hofmann, W., und Schulte-Schrepping, K.-H. Sauerstoffbestimmung in Zink 309.

Harvey, H. W. Mikrobestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen mit Hilfe der Jodometrie 283.

Harvey, S. C., und Higby, V. Mikrobestimmung von Glycerin 289.

Haslam, J., und Squirrell, D. C. M. Bestimmung der Orthoverbindung in Trikresylphosphat 225.

Haslam, J., Whettem, S. M. A., und Soppet, W. Bestimmung von α-Chloracrylsäuremethylester in Luft 304.

Hatchard, C. G., siehe Ovenston, T. C.

Hawelek, A., siehe Pflücke, M.

Hayatsu, R., siehe Hirai, M.

Hazlegrove, L. S., siehe McDuffie, B.

Heagy, A. B., Alkalimetrische Bestimmung von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 461.

Hecht, F., und Krafft-Ebing, H. Oxinatfällung von Aluminium 196.

van Heel, A. C. S. Grundlagen für den Gebrauch von Spektralapparaten, Spektrometer, Spektrograph 360.

Heether, M. R., siehe Shreve, O. D.

Heinemann, B, Veratrolverfahren zur Milchsäurebestimmung 154.

Heinrich, H. C., und Lahann, H. Mikrobiologische Bestimmung des B_{12}-Vitamines 399.

Heinz, E., Müller, E., und Rominger, E. Antirachitische Wirkung der Citronensäure 179.

Henley, A. A. Papierchromatographische Bestimmung von Corticosteroiden mittels Tetrazoliumverbindungen 381.

Hensinger, W., siehe Oberhauser, F.

Hering, H. Entfernung von Lithium aus Calciumsalzen durch Kationenaustausch 429.

Hernandez, H. R., siehe Mattocks, A. M.

Hernández-Cañavate, J., siehe Sierra, F.

Hernández-Gutiérrez, F., und Pulido-Cuchí, F. Nachweis und Bestimmung von Salicylamid 230. — Unbrauchbarkeit der Titrationsmethode mit Nitrit bei der PAS-Bestimmung 230.

Hersch, P. Galvanische Bestimmung von Sauerstoffspuren in Gasen 124.

Heyns, K., und Anders, G. Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Temperatur 331.

Heyns, K., und Walter, W. Abhängigkeit zwischen Startlinie und Entwicklungsphase bei der Papierchromatographie 329. — Einwirkung der Papierfaserrichtung auf den R_f-Wert 327.

Higby, V., siehe Harvey, S. C.

Higgs, D. G., siehe Bush, G. H.

Hilfiger, J.-P. Bestimmung von Öl in Paraffin 314.

Hill, R. Spektrophotometrische Bestimmung von 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure 462.

Hillenbrand, E. F., siehe Riddick, J. A.

Hinsberg, K., und Merten, R. Chemische Bestimmungsmethoden im klinischen Laboratorium und ihre Auswertung in der Praxis 395 [L].

Hinshelwood und Bowen, Verhalten von Ammoniumdichromat in der Hitze 186.

Hinterberger, H., siehe Ewald, H.

Hirai, M. Apparatur zur abgeänderten Stickstoffbestimmung 280. — Modifikation der Mikro-Dumas-Methode 280.

Hirai, M., und Hayatsu, R. Bestimmung von Säureamiden 141.

Hirsch, F. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Hiskey, C. F., und Firestone, D. Präzisionscolorimetrie, Genauigkeit spektrophotometrischer Analysen von Gemischen 115.

Högl, O., siehe Mottier, M.

Hörhammer, L., und Hänsel, R. Nachweis und Bestimmung von Rutin und Quercetin nebeneinander 236.

Hoffmann, E., siehe Hübener, H. J.

Hofmann, W., siehe Barteld, K., Hartmann, H., sowie Krypko, K. W.

Hol, P. J., und Leendertse, G. C. H. Bestimmung von Alkaliblutlaugensalz durch Komplexontitration 273.

Holasek, A., siehe Flaschka, H.

Holler, A. C., und Klinkenberg, R. Bestimmung von Schwefel in Metallen, Legierungen, Kohle und Koks 313.

Holtz, A. H. Calcium- und Magnesiumbestimmung in Blutserum 271.

Holzbecher, Z. Quecksilberbestimmung mit Phenylborsäure 194.— Selektive Reaktion von Phenylborsäure mit Quecksilber(II)salz 194.

Honig, R. E. Bestimmung von Verunreinigungen mit Hilfe des Massenspektrometers 269.

Hopkins, F. G. Thioglykolsäurenachweis 260.

Hornstein, I. Analyse von Benzolhexachlorid 459. — Siehe auch Schechter, M. S.

Horsley, L. H. Destillation von azeotropem Wasser-Chloroform-Gemisch 456.

Horton, A. D., Thomason, P. F., und Miller, F. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Fluor 202.

Hotchkiss, R. D. UV-Absorptionskurven 374.

Hovorka, V., siehe Vláčil, F.

Howard, H. C., siehe Berman, N.

Huber, G., und Deuel, H. Bestimmung des Gesamtpektins mittels Uronsäurebildung 151.

Huber, H. Wasserenthärtung, Kalkseifenlösevermögen 91.

Hudgens jr., J. E., und Nelson, L. C. Verteilungsanalyse von In-Bromid 167.

Hudlický, M., siehe Wichterle, O.

Hübener, H. J., Hoffmann, E., und Bode, F. Papierchromatographie der Nebennierenrindenhormone 381.

Hünig, S. Untersuchungen über die Methin-bis-barbitursäure 406.

Hufferman, L. Trennungsmethoden seltener Erden 195.

Huffman, E. W. D., siehe Steyermark, Al.

Hughes, G. K., siehe Gore, P. H.

Hughes, W., und Smith, H. Quantitative Analyse von Kristallpulvern mittels Röntgenstrahlen 116.

Hundeshagen, F. Phosphorbestimmung in Eisenerz 41.

Hunold, G. A. Bestimmung von α-Naphthylthioharnstoff 78.

Hurenkamp, B., siehe Wijmenga, H. G.

Ihl, A. Colorimetrie von Zuckerlösungen 148.

Ikenberry, L. C., und Thomas, A. Photometrische Aluminiumbestimmung in Zink und Stahl 219.

Imaeda, K., siehe Takagi, S.

McIntosh, D. Additionsverbindung von Jod mit Äthanol 107.

Irsa, A. P., siehe Friedman, L.

Irving, H. M., und Rossotti, F. J. C. Verteilungsanalyse von Tl^{I}- und Ga-bromid mit Äther 167.

Isherwood, siehe Hanes.

Ishi, R., siehe Wada, I.

Ivašova, N. P., siehe Fedoseev, P. N.

Jacimirskij, K. B., und Astaševa, A. A. Schwerlösliche Komplexverbindungen mit Thioharnstoff, Anwendung in der Analyse 432.

Jack, W. M., siehe Clifford, A. F.

Jacobi, M., siehe Klein, B.

Jacquet, J., und le Nir, Y. Schätzung des Chloridgehaltes in der Milch 452.

Jander, G., und Spandau, H. Kurzes Lehrbuch der anorganischen und allgemeinen Chemie 426 [L].

Jangg, G., siehe Eipeltauer, E.

Janssen, P., siehe Demoen, P.

Jaudon, E., siehe Rosotte, R.

Jean, M. Colorimetrische Bestimmung von Kobalt in Schnelldrehstählen 222. — Spektrophotometer, Verwendung zur colorimetrischen Analyse im monochromatischen Licht 115.

Johnson, C. R., siehe Koenig, R. A.

Johnson, H. O., Weaver, J. R., und Lykken, L. Abscheidung von Tellur an der Quecksilberkathode 351. — Siehe auch Parks, Th. D.

Johnson, R. A., und Fredrickson, D. R. Titration von vierwertigem Tellur mit Thiosulfat 277.

Johnston, M. V., siehe Hardwick, R. B.

Jolles, A. Colorimetrische Bestimmung von Zuckerlösungen 148. — Indicanreaktion auf Tryptophan 454.

Jolley, E. L., siehe Steyermark, Al.

Jones, A. R. Messung radioaktiver Substanzen auf Papierchromatogrammen 374.

Jones, E. W., siehe Saxer, E. T.

Jones, H. A. Colorimetrische Bestimmung von Schädlingsbekämpfungsmitteln 459.

Jones, L. T. Bestimmung von Phosphaten 91. — Fällung von Phosphaten durch Bariumchlorid 401.

Jones, M. O., und Mathews, J. K. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Jordan, P. Kaliumbestimmung im Blut 79.

Jouslin, D. Ortsbestimmung der Sulfogruppe in Alkylarylsulfonsäure 145.

Judd, W. C., siehe Pepkowitz, L. P.

Jungkunz, R,. siehe Hadorn, H.

Jureček, M. Spezielle Methoden der Elementaranalyse stickstoffhaltiger Verbindungen 72.

Jureček, M., und Večeřa, M. Bestimmung von Verunreinigungen in Antipyrin 232. — Gleichzeitige Bestimmung von Hg, S, Halogenen in stickstoffhaltigen Substanzen 71.

Kainer, F. Polyvinylchlorid und Vinylchlorid-Mischpolymerisate 389 [L].

Kainz, G., und Resch, A. Mikrobestimmung von Chlor und Brom in organischen Verbindungen 285. — Reaktionsvorgang beim Aufschluß organischer Verbindungen mit Kalium 285.

Kakáč, B., siehe Hais, I.

Kakita, Y, siehe Gotô, H.

Kallinich, G., siehe Thies, H.

Kappelmeier, C. P. K. Extrahierungsmethode bei der Bestimmung von Phthalsäure 226.

Karchmer, J. H., siehe Brabson, J. A.

Katz, M. S., siehe Brabson, J. A.

Kaufmann, H.-P., und Budwig, J. Papierchromatographie von „Poly"-Ölen 375.

Kawerau, E., und Wieland, Th. Konservierung von Papierchromatogrammen 326.

Keen, R. T., und Fritz, J. S. Bestimmung von Aminen durch Titration in nichtwäßrigen Lösungsmitteln 59.

Keicher, G., siehe Wittig, G.

Kelley, P. H., siehe Cartwright, L. C.

Kendrick, A. B., und Hanke, M. E. Stickstoffentwicklung durch Zusätze bei seiner mikrovolumetrischen Bestimmung 66.

Kick, H. Prüfung der Glaselektrode zur p_H-Messung 390.

Kiefer, E. W., und Boltz, D. F. Spektrophotometrische Mikrobestimmung von Zirkon 198.

Kienitz, H. Analyse von Gemischen der Stickstoffoxyde 455.

Kies, H. L. „Dead-stop"-Verfahren zur Endpunktbestimmung bei Titrationen 117.

Kikindai, M. T., und Cassel, M. Alkoholische Jodlösung, Verhalten an Ionenaustauschern 107.

King, J. Verbesserung der Wirksamkeit von Exsiccatoren 125.

Kingsley, G. R., und Schaffert, R. R. Bestimmung von Arsen in biologischem Material 80.

Kinnunen, J., und Merikanto, B. Zinkbestimmung in Messing und Zinkschlacken 333.

Kirschbaum, A. Metaaminophenol, Bestimmung neben p-Aminosalicylsäure 230.

Kirshenbaum, A. D., siehe Grosse, A. V.

Kirsten, W. Genauigkeit mikroanalytischer Bestimmungen 117. — Mikro-Kjeldahl-Bestimmung 282. — Verbesserung der Stickstoffbestimmung nach Dumas 280.

Kitahara, S. Bestimmung von Magnesium in Nickel 313.

Kitson, R. E., und Mellon, M. G. Phosphorsäurebestimmung durch Vanadat-Molybdat 267.

Klein, B., und Jacobi, M. Kaliumbestimmung als Silberkobaltnitritkomplex 436.

Kleinberg, J., siehe Zingaro, R. A.

Klevstrand, R., siehe Nordal, A.

Klinkenberg, R., siehe Holler, A. C.

Kloos, G., siehe Bleeksma, J.

Knight, C. A. Abweichung der R_f-Werte 323.

Knox, J. H., siehe Bailey, H. C.

Koch, L. Gruppenlöslichkeit von Farbstoffen 380.

Koenig, R. A., und Johnson, C. R. Nachweis von Thioglykolsäure durch Eisenverbindungen 260.

König, W. Bestimmungsmethode von Chlor 405.

Körner, K. F. Der „Titrierfehler" 111 [Or].

Kohler, M. Die Bestimmung von Kalium und Ammonium mit Tetraphenylbornatrium [$(Ph)_4BNa$] in mineralsaurer Lösung und die Bestimmung beider Ionen in einem Arbeitsgang 9 [Or].

Kollock, L. G., und Smith, E. F. Abscheidung von Nickel und Kobalt an der Quecksilberkathode 346.

Kolpakova, V. V., siehe Ruženceva, A. K.

Kolthoff, I. M. Jodometrie von Antipyrin 232.

Konopik, N., und Szlaczka, K. Amperometrische Titration von Antimon und Arsen 136.

Kooistra, M., siehe Sluytermann, I. A. AE.

Korenman, I. M., und Šejanova, F. R. Reaktionen auf Borsäure 274.

Kořistek, S., und Procházka, Ž. Spezifischer papierchromatographischer Nachweis der Ascorbinsäure 383. — Siehe auch Procházka, Ž.

Koršun, M. O. Mechanismus der Silbersulfatbildung bei der Mikroelementaranalyse S-haltiger organischer Verbindungen 69. — Mikroanalytische Bestimmungen von C und H durch Elementaranalyse 60.

Kostron, H. Bestimmung des Gasgehaltes von Leichtmetallen 308.

Kowkabany, G. N., und Cassidy, H. G. Gleichgewichtseinstellung von R_f-Werten 325.

Krafft-Ebing, H., siehe Hecht, F.

Kraft, G., siehe Fischer, J.

Kratz, Ph. DeC., Lewis, J. I., und Feldman, A. Kupferbestimmung in Zuckersirup und Getränken 299.

Kreibich, R., siehe Malissa, H., sowie Musil, A.

Krekeler, H., siehe Grote, W.

Krekels, A., siehe Felix, K.

Krilanovich, N. J., siehe McCullough, I. D.

Krol, B. M., siehe Kruisheer, C. J.

Kruisheer, C. J., van der Burg, J., Krol, B. M., Tiersma, P., und Venekamp, J. T. N. Nachweis und Bestimmung von Neutralisationsmitteln und/oder Milchsäure in Frisch- und Trockenmilch 154. — Siehe auch Venekamp, J. T. N.

Krukenberg, Farbreaktion zum Adrenalinnachweis 101.

Krypko, K. W., Hofmann, W., und Hanemann, H. Apparatur zur Sauerstoffbestimmung in Metallen 308.

Kuck, J. A., und Arnold, M. Absorptionsröhren aus korrosionsfestem Stahl zur Elementaranalyse 280. — Siehe auch Steyermark, Al.

Küssner, W. Rutinnachweis durch Fluorescenzreaktion 424.

Kulberg, S. M., und Mustafin, J. S. Nachweis und Bestimmung von Piperidinspuren in Pyridin 297.

Kuraš, M., siehe Ružička, E. Nachweis von Quecksilber(I) durch das Amidoxim der α-Oxyisobuttersäure 193.

Kurmies, B., siehe Gericke, S.

Kusche, H., siehe Bock, R.

Kuznecov, V. I., und Pimenova, Z. M. Farbreaktion auf Dichloräthan 142.

Lademann, R., siehe Schmidt, O. T.

Lagrange, G., Thomas, J., Simon, C., und Petit, M. Nachweis von Monobromessigsäure in Milch 156. — Siehe auch Thomas, J.

Lahann, H., siehe Heinrich, H. C.

De Lap, R. A., siehe Samsel, E. P.

Lapkina, N. B., siehe Nazarenko, V. A.

Larsen, Tulbor, Elpem und Buck. Titration von Methadon 234.

Launer, H. F., und Tomimatsu, Y. Bestimmung der Feuchtigkeit in pflanzlichem Material 453.

Lavigne, B. E., und Guerrero, A. H. Bestimmung von Mangan und Chrom in Stahl 221.

Lawrence, B., siehe Snyder, R. H.

Lederer, M. Chromatographische Trennung von Acridinderivaten 381. — Diffusionsvorgänge in der Papierchromatographie 373.

Lederer, M., und Ward, F. L. Orthotolyanthranilsäure als Redoxindicator 117. — Papierelektrochromatographische Trennung in der Kupfergruppe und von Fe, Ni, Co 387. — Siehe auch Anderson, J. R. A.

Leendertse, G. C. H., siehe Hol, P. J.

Lehmann, E. Chemisches Praktikum für Studierende der Landwirtschaft, der Tierheilkunde, des Gartenbaues und der landwirtschaftlichen Gewerbe 72 [L].

Lehmann, siehe Rupp.

Leinfelder, P. J., siehe Robbie, W. A.

Leloir, L. F., siehe Paladini, A. C.

Lestra, H., und Roux, G. Jodometrische Mikrobestimmung von Ammoniak-Stickstoff 273.

Levi, A. A., siehe Goodall, R. R.

Levitsky, M., siehe MacNevin, W. M.

Levitt, A. E., siehe Freund, H.

Levy, A. L., siehe Cook, A. H.

Lewis, J. I., siehe Kratz, Ph. DeC.

Lewis, R. N., siehe Clifford, A. F.

Lindstedt, P. Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Stoffkonzentration 329.

Lingane, J. J. Stromfluß bei der Elektrolyse 372. — Trennung von Metallen durch Elektrolyse an der Quecksilberkathode 355.

Linteris, siehe Handschumacher.

Litniova, N. S., siehe Chlopin, N. Ja.

Loewenthal, Bestimmung von Gesamttannin in Obstwein 448.

Loewus, F. A. Qualitative und quantitative Bestimmung von Kohlenhydraten mit Anthronschwefelsäure 143.

Longacre, L. A., siehe West, Ph. W.

Lopez, J. A., siehe Bessey, O. A.

López-Rubio, F. B., siehe de la Rubia-Pacheco, J.

Loude, R., siehe Castro, R.

Lowry, O. H., und Bessey, O. A. Mikrozellen zur Photometrie 458.

Lucas, R. Einwirkung des Lösungsgemisches in Abhängigkeit von der Papiersorte bei R_f-Werten 325.

Lucena-Conde, F., siehe Burriel-Marti, F.

Ludwig, F., siehe Prey, V.

Lüdtke, M. Bestimmung des Linamarins im Leinsamen 316.

Lüdy-Tenger, F. Nachweis von Nicotylamid und Nicotinsäure 240.

Lundberg, L., siehe Rasmussen, H. B.

Lupant-André, F. Nachweis von Arsen in Natriumnitrit 224.

Lydersen, D., und Gjems, O. Titration von Eisen(III)-salz mit Versenat 249 [Or].

Lykken, L., siehe Johnson, H. O., sowie Parks, Th. D.

Lyman, C. M., Ory, R., Trant, M., und Rich, G. Thiaminbestimmung in Reis und Reiserzeugnissen 452.

Macheboeuf, M., siehe Munier, R.

Maclay, W. D., siehe McCready, R. M.

Magee, R. J., siehe Miller, Ch. C.

Mahon, J. H., und Chapman, R. A. Bestimmung isomerer Oxyanisole 450.

Makower, B., und Nielsen, E. Wasserbestimmung in Trockengemüse 453.

Mal'cev und Temirenko, Colorimetrierung von Chrom in Stahl 221.

Malik, J., siehe Coričan, K.

Malissa, H., Musil, A., und Kreibich, R. Reaktionen auf gasförmiges Ammoniak, Schwefel-, Arsen, Antimon- und Phosphorwasserstoff 433. — Siehe auch Musil, A.

Mallol-Garcia, A., und Costillo-Rodriguez, L. Fettbestimmung in Milch 153.

Malowan, L. S. Tüpfelnachweis von Phenolen 295.

Manderscheid-Schwindling, G., siehe Diemair, W.

Mangeney, G. Automatische Mikrobestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff 278.

Marconi, M. Phosphorsäurebestimmung durch Acidimetrie 136.

Markham, R., und Smith, J. D. Photographische Methode bei der Bestimmung von Corticoiden 381.

Markunas, P. C., und Riddick, J. A. Bestimmung von Cholinsalzen der Carbonsäuren durch Titration in Eisessig 57. — Siehe auch Riddick, J. A.

Marnay, C., siehe Chevillard, L.

Marque, siehe Fleury.

Marsh, D., siehe Grummit, O.

Marshall, L. R., siehe Donaldson, K. O.

Martin, A. J. P., siehe Consden, R.

Martin, H. W., siehe Beckett, A. H.

Martin, J., siehe Zerban, F. W.

Martina, A., siehe Chwala, A.

Marzadro, M. Selektive Bestimmung verschieden gebundenen Stickstoffs 66.

Master, J. G. M. Probenahme zur O-Bestimmung in Blei 309.

Masui, Mikronachweis von Cu- und Fe^{II}-Ionen 126. — Nachweis der α-Aminosäuregruppe 144.

Materanskaja, N. P., siehe Drozdov, N. S.

Mathews, J. K., siehe Jones, M. O.

Mattocks, A. M., und Hernandez, H. R. Calciumbestimmung in Arzneimitteln mittels Komplexon III 270.

Maumené, Verhalten von Ammoniumdichromat in der Hitze 186.

Maurandi, V., siehe Borghi, M.

Maus, Verhalten von Ammoniumdichromat in der Hitze 186.

Maxwell, J. A., siehe Graham, R. P.

Maynert, E. W., siehe Giotti, A.

Mehlig, J. P., und Newby, B. J. Spektrophotometrische Nickelbestimmung in Stahl 222.

Mehlig, J. P., und Zeagas, G. J. Spektrophotometrische Bestimmung von Kobalt 207.

Mellon, M. G., siehe Boltz, D. F., Kitson, R. E., Rider, B. F., sowie Swank, H. W.

Mellor, N., siehe Goodall, R. R.

Melnikova, P. A., siehe Fomičeva, N. I.

Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.

Merten, R., siehe Hinsberg, K.

Michaelis, L., und Barron, E. S. G. Nachweis von Thioglykolsäure mit Eisenchlorid 260.

Milazzo, G. Elektrochemie, theoretitische Grundlagen und Anwendungen 46 [L].

Miller, C. C. Verteilungsanalyse von Thallium(III)-bromid 167.

Miller, Ch. C., nud Magee, R. J. Qualitative und halbquantitative Analyse der Erdalkali- und Alkaligruppe 121.

Miller, F. J., siehe Horton, A. D.

Miller, R. R., siehe Williams, D. D.

Milner, G. W. C. Volumetrische Zinkbestimmung 132.

Milner, G. W. C., und Groom, H. Bestimmung von Fe, Ni, Mn in Kupferlegierungen 311.

Mitchell, G. P., siehe Gentry, C. H. R.

Mitchell jr., J. Wasserbestimmung nach Karl Fischer in Dimite 463. — Siehe auch Roe, H. R.

Moeller, Th. Indiumbestimmung als Oxychinolat 337.

Monaco, A. R., siehe Sievers, R. F.

Monnier, D., und Besso, Z. Polarographische Bestimmung von Tryptophan 371. — Siehe auch Wenger, P. E.

Montequi, R., und Doadrio, A. Bestimmung von Glycerin und Monoglyceriden mit Hilfe von Perjodat 292.

Montgomery, R., siehe Buch, M. L.

Moran, J. J., siehe Steyermark, Al.

Morávek, L., siehe Hais, I.

Moretti, M. Kreatininbestimmung in Fleischextrakten usw. 157.

Morrison, G. R., siehe Thompson, J. F.

Morton, J. E., siehe Campbell, A. D.

Moser, M., siehe Siegfried, S.

Mott, O. E., siehe Osborn, G. H.

Mott, R. A., siehe Belcher, R.

Mottier, M., und Högl, O. Kreatininbestimmung in Suppenwürzen 157.

Moyle, V., Baldwin, E., und Scarisbrick, R. Pufferung von Kieselsäure in der Säulenchromatographie 290.

Mühlmann, Farbreaktion zum Adrenalinnachweis 101.

Müller, A., siehe Freytag, H.

Müller, E. Nachweis der Wässerung von geronnener Milch 153. — Siehe auch Heinz, E.

Müller, R. H., und Clegg, D. L. Beziehung zwischen Entwicklungsgeschwindigkeit und R_f-Werten 324.

Müting, D. Folin-Reagens zur Kennzeichnung in der Papierchromatographie 376.

Muir, S., und Ambrose, A. D. Bestimmung von Al- und Al_2O_3 in Stahl 363.

Muller, Y. M. F., und Vogel, D. L. Anwendung der „*Carrier*"-Methode in der Spektralanalyse 360.

Munier, R., Macheboeuf, M., und Cherrier, N. Papyrographische Trennung von Alkaloiden und sonstigen Basen 385. — Siehe auch Allouf, R.

Muntoni, F. Störungen der Aluminiumbestimmung mit Aurintricarbonsäure 196.

Musil, A., Malissa, H., und Kreibich, R. Nachweis von Ammoniak neben As-, Sb-, P-Wasserstoff 434. — Siehe auch Malissa, H.

Mustafin, J. S., siehe Kulberg, S. M.

Myers, G. B., siehe Zak, B.

Myers, J. L., siehe Fainer, P.

Nash, L. K. Stickstoffbestimmung in Stahl 218.

Naujocks, E., siehe Awe, W.

Nazarenko, V. A., und Lapkina, N. B. Nachweis von Dichloräthan 141.

Nechamkin, H. Bestimmung leicht löslicher Sulfate 444.

Neeb, K.-H., siehe Dewald, W.

Nelson, L. C., siehe Hudgens jr., J. E.

Nelson, N. Herstellung von Reagenzien zur Zuckerbestimmung 294.

MacNevin, W. M., und Baker, B. B. Coulometrische Bestimmung von Eisen(II) und Arsen(III) 372.

MacNevin, W. M., und Levitsky, M. Platinelektroden bei polarographischer Bestimmung von Dextrose und Galactose 370.

MacNevin, W. M., und Sweet, R. T. Verwendung einer Platinelektrode in der Polarographie 370.

Newby, B. J., siehe Mehlig, J. P.

Newcombe, R. A., siehe Gillieson, A. H. C. P.

Nézamie, H., siehe Domange, L.

Nicholas, J. W., und Pollak, F. F. Filterkombinationen zur Linienisolierung der Quecksilberdampflampe 116.

Nicholas, R. E. H., und Rimington, C. Abhängigkeit des R_f-Wertes von der Temperatur 331.

Nicloux, M. Eudiometrische Bestimmung von CO im Blut 396.

Nicolas, L., und Burel, R. Bestimmung von organischen Säuren und ihrer Anhydride nebeneinander 291.

Nielsen, E., siehe Makower, B.

Nielsen, J. P. Cerimetrische Bestimmung von Magnesiumoxinat 317.

Nieras, siehe Bernal Nievas, J.

Le Nir, Y., siehe Jacquet, J.

Nitschke, E. Colorimetrierung von Äpfelsäure in Wein und Most 447.

Nivoli, M. Nachweis von Cumarin neben Vanillin 236. — Siehe auch Castiglioni, A.

Nordal, A., und Klevstrand, R. Bestimmung von Sedoheptulose 144.

Norris, W. P., siehe Sato, T. R.

Norwitz, G. Analyse von Silberlot auf Ag, Cu, Cd und Zn 192. — Antimonbestimmung durch Elektrolyse 137.

MacNulty, B. J., Reynolds, G. F. und Terry, E. A. Polarographische Bestimmung von Fluorid 369.

Nusbaum, I., und Skupeko, P. Nachweis und Bestimmung von freiem und gebundenem Chlor in Wasser 213.

Nusbaum, R. E., siehe Alexander, G. V.

Nussbaum, M. Bestimmung von Nitrat in Wasser mit Phenoldisulfonsäure und Alkali 214.

Nutten, A. J., und Stephen, W. I. Entfernung der Phosphorsäure in der qualitativen Analyse 122. — Phosphorsäurefällung durch Alkyltitanate 122.

Nylén, P., und Wigren, N. Einführung in die Stöchiometrie 46 [L].

Nyman, P., und Reimers, F. Polarographische Bestimmung von Lobelin 371.

Oberhauser, F., und Hensinger, W. Oxydationserscheinungen in Oxalsäurelösungen 258.

Oberhauser, F., und Schormüller, J. Oxydationserscheinungen in Oxalsäurelösungen 258.

Ogawa, T., siehe Gotô, H.

Ohlenschläger, W. Die Aufarbeitung gebrauchter Industrieöle 73 [L].

Okáč, A., siehe Bezděk, M.

Olette, M., siehe Roquet, P.

Oplinger, G. Rechengerät für spektrochemische Analyse 362.

Orchin, M., siehe Sternberg, H. W.

Ory, R., siehe Lyman, C. M.

Osborn, G. H., und Mott, O. E. Bestimmung höherer Alkohole in Whisky und Branntweinen 449.

Osborn, S. B., siehe Braunsberg, H.

Ostertag, H., und Rinck, E. Colorimetrische Calciumbestimmung 129.

Oternaud, G., siehe Drevon, M. B.

Otting, W. Blindwert bei der Mikrosauerstoffbestimmung in der Elementaranalyse 61.

Ovenston, T. C. J., Parker, C. A., und Hatchard, C. G. Spektrophotometrische Spurenbestimmung von Titan mit Chromotropsäure 197.

Owen, L. E., und Ellenburg, J. Y. Bestimmung von Spurenelementen in Lithium 52. — Siehe auch Delaney, J. C.

Padowetz, W., siehe Dirscherl, A.

Paget, M., und Berger, R. Oxalsäurebestimmung neben Citronensäure 143.

Pajenkamp, H., siehe Scheffer, F.

Pal, J. C., siehe Guha, B. C.

Paladini, A. C., und Leloir, L. F. Hilfsgerät für im UV-absorbierende Substanzen in der Papyrographie 394.

Pamm, I., siehe Wenger, P.-E.

Papastamatis, S. C., und Wilkinson, J. F. Papierchromatographischer Nachweis von Proteinen 380.

Pardee, A. B. Genauigkeit der berechneten R_f-Werte 323.

Paris, R. A., und Vial, J. Bestimmung von Gemischen aus Phenol, Kresol und Xylol 295. — Konduktometrische Titration von Phenol-Kresolgemischen 295.

Parker, C. A., siehe Ovenston, T. C. J.

Parks, Th. D., Johnson, H. O., und Lykken, L. Elektrolyse von Dichromatlösung an der Quecksilberkathode 348.

Parsons, J. S., und Yoe, J. H. Verwendung von Diphenylcarbaziddisulfonsaurem Natrium als Indicator zur Chloridtitration 203.

Partridge, S. M. Anilinhydrogenphthalat, Reagens für Glucose 319.

Partridge, S. M., und Westall, R. G. Papierchromatographischer Nachweis von Hexosen in biologischem Material 319.

Patte, F. Papierchromatographische Bestimmung von Vitamin B_{12} 384.

Pavlish, A. E., und Sullivan, J. D. Elektrolyse von Eisen an Quecksilberkathode 346.

Peckhardt, E. G., siehe Arny, H. V.

Pellerin, G. Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Pepkowitz, L. P. Mikronachweis von Kohlenstoff, frei und gebunden 278.

Pepkowitz, L. P., und Judd, W. C. Bestimmung von Natriumoxyd in Natriummetall 158.

Perret, J. J. Bestimmung von Aldehyden und Ketonen durch Oximierung 290.

Peters, E. D., Rounds, G. C., und Agazzi, E. J. Quarzröhrenverbrennungsapparat zur Elementaranalyse von S und Halogenen 286.

Peters, H. H., und Phelps, F. P. Spektrophotometrie von raffinierten Zuckerlösungen 148.

Petit, M., siehe Lagrange, G.

Petrillo, V. C., siehe Snowdon, J. J.

Pfeiffer, P. Verteilungsanalyse von Zinn(IV) als Ätherat 167.

Pfisterer, J. L., siehe Griffenhagen, G. B.

Pflücke, M., und Hawelek, A. Periodica Chimica. Verzeichnis d. i. Chem. Zentralbl. refer. Zeitschr. mit entspr. genormten Titelabkürzungen 45 [L].

Pfudl, H., siehe Gorbach, G.

Phelps, F. P., siehe Peters, H. H.

Picard, C. W., siehe Hardwick, R. B.

Pifer, C. W., und Wollish, E. G Bestimmung von Aneurinsalzen durch

Titration in Eisessig 55. — Bestimmung anorganischer Salze in Eisessig 56. — Bestimmung von Salzen organischer Basen durch Titration in Eisessig 55.

Pilz, W. Zinkbestimmung als Sulfid mittels Trithiokohlensäure 132.

Pimenova, Z. M., siehe Kuznecov, V. I.

Pinguet, A., siehe Domange, L.

Pino, F., siehe Burriel, F.

Pirt, S. J., und Chain, E. B. Bestimmung von Halogenen in organischen Substanzen 68.

Pizzorno, L. N. Eiweißbestimmung in Wurstwaren 158.

Počinok, Ch. N., und Počinok, V. Ja. Reagens zum Nachweis und Colorimetrierung von Magnesium 128.

Počinok, V. Ja., siehe Počinok, Ch. N.

Poe, C. F., siehe Drommond, F. G.

Pöhm, M., siehe Goldberger, H.

Pohl, F., siehe Gorbach, G.

Poirier, siehe Berret.

Polen, P. C., und Silverman, P. Nachweis von Heptachlor 460.

Poletaev, M. I. Styrolbestimmung in Luft 305.

Pollak, F. F., siehe Nicholas, J. W.

Pollermann, M., siehe Gerthsen, C.

Polson, D. S. C., und Strickland, J. D. H. Bestimmung von Gammamengen Sulfat 443.

Pomatti, R. Vorrichtung zur Freimachung von Stickstoff bei der Elementaranalyse 61.

Popow, P. G. Silbernachweis durch Colorimetrie 127.

Porter, W. L., siehe Buch, M. L.

Porush, I., siehe Dunn, M. S.

Powers, J. M., siehe Gunn, E. L.

Pratt, jr., J. J. Analyse von Insektenblut 379.

Pratt, J., und Auclair, J. L. Nutzen der R_f-Werte in der Papierchromatographie 323.

Prey, V., Waldmann, E., und Ludwig, F. Schnellbestimmung von Methylglyoxal 293.

Přibil, R., und Adam, J. Trennung von Titan, Beryllium und Uran 441.

Přibil, R., und Fiala, L. Selektive Bestimmung von Calcium 438.

Přibil, R., Simon, V., und Doležal, J. Jodometrische Bestimmung von Cer(IV)-salz, Permanganat und Chromat 440.

Přibil, R., und Wünsch, L. Alkalimetrische Bestimmung von Borsäure neben Metall-Ionen 274.

Přibil, R., und Zábranský, Z. Amperometrische Bestimmung von Thallium(I)-salz 439.

Privalova, K. P., siehe Chlopin, N. Ja.

Pro, M. J. Spektrophotometrische Tanninbestimmung in Wein und Whisky 449. — Siehe auch Beck, J. E.

Procházka, Ž., und Kořistek, S. Papierchromatographischer Nachweis von Ascorbinsäure in Kohl 383. — Siehe auch Kořistek, S.

Pröbsting, E. A., siehe Stuber, B.

Proffitt, P. M. C., siehe Chirnside, R. C.

Prokhovnik, S. J. Bestimmung von Vitamin A 397.

Puenzieux, J.-P. Spektralanalytische Bestimmung von Al, Zn, Si in Magnesiumlegierungen 48.

Pulido-Cuchí, F., siehe Hernández-Gutiérrez, F.

Pungor, E., siehe Schulek, E.

Quastel, J. H., siehe Franklin, A. E.

Racicot, E. L. Bestimmung von Phosphor in Kalkstein, Ätzkalk, Calciumhydroxyd, Calciumcarbid und Acetylen 306.

Radhakrishna, P. Trennung von Thorium und Lanthan mittels Ionenaustausches 430.

Räuchle, A., siehe Zahn, H.

Raff, P., siehe Wittig, G.

Raghava, Rao Bh. S. V., siehe Venkataramaniah, M.

Rakestraw, N. Nitritbestimmung 133.

Randall, M., und Young, L. E. Herstellung von Ag/AgCl-Elektroden 445.

Randles. Linearität zwischen Konzentration und Spitzenhöhe in der Polarographie 369.

Raoul, Y., siehe Chevillard, L.

Rapp, P., siehe Wittig, G.

Rappaport, F., und Eichhorn, F. Stickstoffbestimmung 396.

Rasmussen, H. B., Fuchs, D., und Lundberg, L. Bestimmung natürlicher Alkaloidsalze durch Ionenaustausch 190.

Rath, H. Lehrbuch der Textilchemie einschl. textilchemischer Technologie 388 [L].

Rathenasinkam, E. Nachweis von Benzoesäure in Nahrungsmitteln 446.

Rauch, H. Erfahrungen bei Herstellung reiner Essigsäure 151.

Rauen, H. M., siehe Felix, K.

Ravizza, V. Alkalitätsbestimmung in Bleichlaugen 159.

Raybin, W. Bestimmung von Aminopyrimidin 231.

Read, W. T., siehe Bailey, J. R.

Redfield, R. R., und Barron, E. S. G. Papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 377.

Reed, W. R., siehe Rowley, H. H.

Reilley, Ch. N., Adams, R. N., und Furman, N. H. Netzgerät für coulometrische Titration mit höchstkonstantem Strom 372.

Reimers, F., siehe Nyman, P.

Reinefeld, E., siehe Schneider, F.

Renault, J., siehe Gautier, J.-A.

Rentschler, H., siehe Tanner, H.

Resch, A., siehe Kainz, G.

Rex, E. H., siehe Drommond, F. G.

Reynolds, G. F. Polarograph nach Patent von MacAleavy 368. — Siehe auch MacNulty, B. J.

Rich, G., siehe Lyman, C. M.

Rickard, R. R., Ball, F. L., und Harris, W. W. Bestimmung von Fluor in festen organischen Substanzen 69.

Riddick, J. A., Fritz, J. S., Davis, M. M., Hillenbrand, E. F., und Markunas, P. C. Zusammenfassung über die Titrationen in nichtwäßrigen Lösungen 60. — Siehe auch Markunas, P. C.

Rider, B. F., und Mellon, M. G. Nitritbestimmung 133.

Ridyard, H. N. Bestimmung von Aneurin 239.

Riegert. Analyse von Kreatin und Kreatinin 320.

Rieman III, W., siehe Goudie, A. J., sowie Sweet, R. C.

van't Riet, B., siehe van Dalen, E.

Riffart, W., siehe Decker, P.

Rimington, C., siehe Nicholas, R. E. H.

Rinck, E., siehe Ostertag, H.

Rittenberg, D., siehe Graff, J.

Robbie, W. A., und Leinfelder, P. J. Reagens auf Cyan 399.

Roberts, D. W. A. Bestimmung von Kohlenhydraten in Weizenblättern 160.

Roček, J., und Wichterle, O. Chlorierung von Oximen 145.

Rocques, J. Bestimmung der Alkoholgrade in Wein 150.

Roe, H. R., und Mitchell jr., J. Bestimmung von Carbonylverbindungen 142.

Roessler, W. G., siehe Dulberg, J.

Rogers, L. B., siehe Desesa, M. A.

Rominger, E., siehe Heinz, E.

Roquet, P., und Olette, M. Stickstoffbestimmung in legierten Stählen 218.

Rosenstein, L. Oxydation von rotem Phosphor 135.

Rosotte, R., und Jaudon, E. Colorimetrische Bestimmung von Titan neben Vanadin in Stahl 220.

Rossotti, F. J. C., siehe Irving, H. M.

Round, G. C., siehe Peters, E. D.

Roux, G., siehe Lestra, H.

Rowley, H. H., und Reed, W. R. Verteilungsanalyse von Magnesiumbromid an Äther 167.

de la Rubia-Pacheco, J., und López-Rubio, F. B. Indirekte Mikrobestimmung von Calcium 130. — Siehe auch de Bosch-Ariño, F. A.

Rückert, A., siehe Wittig, G.

Rüdorff, W., und Zannier, H. Löslichkeitsprodukt von Tetraphenylborkalium 13.

Rüst, E., und Ebert, A. Unfälle beim chemischen Arbeiten 45 [L].

Ruof, C. H., siehe Berman, N.

Rupp und Lehmann. Bestimmung von Quecksilber 273.

Ruppert, A. Eliminierung chromogener Verunreinigungen bei der Bestimmung der 17-Ketosteroide 320.

Rush, R. M., siehe Yoe, J. H.

Rushing, E., siehe Sievers, R. F.

Russell, A. S. Verhalten von Amalgamen gegen wäßrige Oxydationsmittel 345.

Russell, D. S., siehe Fitch, F. T.

Russell, L., siehe Steele, S. D.

Russmann, A. Farbreaktion zum Adrenalinnachweis 102. — Siehe auch Stuber, B.

Ruženceva, A. K., und Kolpakova, V. V. Halogenbestimmung in Verbindungen der Fettreihe 69.

Ružička, E., siehe Kuraš, M.

Ryan, D. E. Bestimmung von Rhodium mit 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol 210. — Fällungsverfahren für Palladium mit 1,10-Phenanthrolin 212.

Ryan, J. C., Yanowski, L. K., und Cefola, M. Anwendbarkeit von Trioxalatkomplexen zum mikroskopischen Nachweis von Kationen 118.

Sabetta, V. J., siehe Smith, G. B. L.

Saini, G. Colorimetrische Silberbestimmung 127. — Nachweis und Bestimmung von zweiwertigem Palladium 211.

Sakamoto, Sh. Farbreaktion auf Pyridin 296. — Verbesserung der Automatik am Verbrennungsofen zur Elementaranalyse 280.

Salgó, E. Eine neue Farbreaktion des Adrenalins 101 [Or].

Saltzman, B. E. Colorimetrische Bestimmung von Chrom mit Diphenylcarbazid 442.

Samsel, E. P., und de Lap, R. A. Colorimetrische Bestimmung von Methylcellulose mit Anthron 393.

Samuel, B. L. Abtrennung von Piperonylbutoxyd in chromatographischer Säule 459.

Samuelson, O., siehe Gabrielson, G.

Sánchez, A. Colorimetrierung von p-Aminosalicylsäure in biologischem Material 397.

Sanders, T. H., siehe Dulberg, J.

Sant, B. R., siehe Deshmukh, G. S.

Santos-Ruiz, A., siehe Fontán-Candela 400.

Sato, T. R., Norris, W. P., und Strain, H. H. Elektrochromatographische Trennung von Silber- und Chromat-Ionen sowie von Calcium- und Phosphat-Ionen 388.

Sattler, L., und Zerban, F. W. Bestimmung von Eisen in Melasse 316.— Siehe auch Zerban, F. W.

Saunders, L., und Srivastave, R. S. Verhalten von Pyridin beim Ionenaustausch 107.

Savell, W. L., siehe Sternglanz, P. D.

Saxer, E. T., und Jones, E. W. Fällung von Aluminium als Phosphat aus homogener Lösung 31.

Scanlan, J. T., siehe Swern, D.

Scarisbrick, R., siehe Moyle, V.

Schaefer, W. Einführung in das Kunststoffgebiet 73 [L].

Schaffert, R. R., siehe Kingsley, G. R.

Schechter, M. S., und Hornstein, I. Colorimetrische Bestimmung von Benzolhexachlorid 459.

Scheffer, F., und Pajenkamp, H. Über die colorimetrische Bestimmung der Phosphorsäure mit Vanadat-Molybdat. Bemerkungen zu einer gleichlautenden Veröffentlichung von S. Gericke und B. Kurmies 266 [Or]. — Phosphatbestimmung in Pflanzenaschen 307.

Schenck, G., und Wendt, F. Colorimetrische Reihenmessung von Lactucopikrin neben Lactucin 237.

Schmid, H., siehe Abel, E.

Schmidgall, H., siehe Wenger, P.-E.

Schmidt, H., siehe Dewald, W.

Schmidt, O. T., und Lademann, R. Papyrographische Trennung von Gerbstoffen 426.

Schmidt, V. Colorimetrische Bestimmung von Kalium im Blut 79.

Schmitt, A. Photochemische Lactucopikrinreaktion mit KCN und Natronlauge 237.

Schneider, F., und Reinefeld, E. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Schneyder, J., siehe Wobisch, F.

Schober, R., und Fricker, A. Tetraphenylbornatrium als Fällungsmittel für Alkalien 10.

Schoch, E. P., und Brown, D. G. Hydroxylamin, Zusatz bei elektrolytischer Sb-Bestimmung 137.

Schöberl, A., und Eck, H. Verhalten von Thioglykolsäure mit Bleiacetat 261.

Schöniger, W. Titriertisch mit eingebauter Rührvorrichtung usw. 435.

Schormüller, J., siehe Oberhauser, F.

Schreiner, H. Pyknometrische Dichtebestimmung 126.

Schreuders, M. A., siehe Gouverneur, P.

Schroeder, W. A., Wilcox, Ph. E., Trueblood, K. N., und Dekker, A. O. Absorptionsspektren bei Verwendung von Äthanol als Lösungsmittel 188.

Schubert, A., siehe Faschalek, J.

Schubert, M. R. Nachweis von Thioglykolsäure mittels Eisenchlorid 260.

Schulek, E., und Endröi, P. Jodometrische Bestimmung von Chlorit neben Hypochlorit und Chlorat 203.

Schulek, E., und Pungor, E. Potentiometrische Titration von Jodid mit Silberlösung 205.

Schulte-Schrepping, K.-H., siehe Hartmann, H.

Schultze, M. O., siehe Bieri, J. G.

Schwarting, A. E., siehe Taylor jr., V. E.

Schwarzenbach, G., siehe Gysling, H.

Schwindling-Manderscheid, G., siehe Diemair, W.

Schwyzer, R. Papierchromatographie von aliphatischen Aminen 376.

Scott, R. O., und Fraser, A. M. Elektrodenhalter aus Stahl bei der Spektralanalyse 361.

Scribner, B. F., und Corlis, Ch. H. Eichproben für spektrochemische Analyse 47.

Šejanova, F. R., siehe Korenman, I. M.

Senise, P., siehe West, Ph. W.

Serrano Berges, L., siehe Bernal Nievas, J.

Shaw, J. A. Bestimmung von Phenol in Kokereiabwasser 215. — Bestimmung des Sauerstoffverbrauchswertes von Kokereiabwasser 214.

Shepherd, A. D., siehe McCready, R. M.

Sherrill, M. S. Verteilungsanalyse von Quecksilberbromid in Benzol 167.

Shinn, M. B. Nitritbestimmung 133.

Short, H. G. Bestimmung von Molybdän und Wolfram in Titan 311.

Shreve, O. D., und Heether, M. R. Bestimmung von Phthalsäureanhydrid in Alkydharzen und Phthalsäureestern 226.

Siegfried, S., und Moser, M. Herstellung von 2-(o-Oxyphenyl)benzoxazol 439.

Sierra, F., und Cárceles, F. Kobaltbestimmung als Kobalt(II-)quecksilber(II)-rhodanid 207. — Kobalt(II) quecksilber(II)-rhodanid-Fällung in Gegenwart von Fe^{III} und Cr^{III} 207. — Störungen bei der Kobalt(II)-quecksilber(II)-rhodanid-Fällung 207.

Sierra, F., und Hernández-Cañavate, J. Maßanalytische Silberbestimmung 127. — Silbertitration mit Bromid- oder Jodidlösung 127.

Sievers, R. F., Rushing, E., Gay, H. und Monaco, A. R. Farbstoffbildung aus Tetranitromethan und Benzidin 304.

Siggia, S., und Hanna, J. G. Bestimmung organischer Säureanhydride durch Umsetzung mit Anilin 291.

Silverman, P., siehe Polen, P. C.

Simon, C., siehe Lagrange, G.

Simon, V., siehe Přibil, R.

Skupeko, P., siehe Nusbaum, I.

Sloth, S. K., siehe Griffenhagen, G. B.

Sluytermann, L. A. AE., und Kooistra, M. Volumetrische Amino-Stickstoff-Bestimmung in Glycin und Glycylpeptiden 66.

van Slyke, D. D., MacFadyen, D. A., und Hamilton, P. Trennung von Aminosäuren 379.

Smales, A. A. Kombination von Flammenphotometrie und radiochemischer Analyse 366.

Smelik, J., siehe Wogrinz, A.

Smith, D. M., und Bryant, W. M. D. Umsetzung organischer Anhydride mit Anilin 291.

Smith, E. F., siehe Kollock, L. G.

Smith, E. L., und Allison, D. Papierchromatographie von radioaktivem Penicillin 374.

Smith, G. B. L., Sabetta, V. J., und Steinbach, O. F. Guanidinfällung durch Ammoniumpikrat 293.

Smith, G. F., Bernhart, D. N., und Wiederkehr, V. R. Wirksamkeit von Trockenmitteln 125.

Smith, H., siehe Hughes, W.

Smith, J. D., siehe Markham, R.

Smith, T. D., siehe Glazer, J.

Snell, C. T., siehe Cartwright, L. C.

Snow, S. E., siehe Sobel, A. E.

Snowdon, J. J., und Petrillo, V. C. Bestimmung von Fluor in Gewebsstoffen 224.

Snyder, R. H., Lawrence, B., und Finkle, R. D. Automatische Injektionsspritze 388.

Sobel, A. E., und Snow, S. E. Vitaminbestimmung mit aktiviertem Glycerin-Dichlorhydrin 238.

Sobel, A. E., und Werbin, H. Vitaminbestimmung mit aktiviertem Glycerin-Dichlorhydrin 238.

Söderbäck, E. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Somogyi, M. Herstellung von Reagenzien zur Zuckerbestimmung 294. — Zuckerbestimmung 454.

Soppet, W., siehe Haslam, J.

Sørensen, S. P. L. Proteinfehler acidimetrischer Indicatoren 380.

Souci, S. W., siehe Thies, H.

Spandau, H., siehe Jander, G.

Sparrow, L. E., siehe Greenfield, S.

Spengel, A., siehe Wöhler, L.

Spicer, G. S., und Strickland, J. D. H. Bestimmung von Gammamengen Chlor in nitrathaltigen Lösungen 444.

Spier, H. W. Bestimmung von Ca, Mg, Na und K in biologischem Material nebeneinander 317. — Cerimetrische Bestimmung von Kalium 126. — Kaliumbestimmung mittels Tetraphenylborsäure 161. — Kaliumbestimmung in biologischem Material 318. — Tetraphenylbornatrium als Fällungsmittel für Alkalien 10.

Spoehr, H. A., und Strain, H. H. Fällung von Methylglyoxal durch m-Nitrobenzhydrazid 293.

Squirrell, D. C. M., siehe Haslam, J.

Sreenivasaya, M., siehe Govindarajan, V. S.

Srivastave, R. S., siehe Saunders, L.

Stagnod'Alcontres, G. Bestimmung von Jod und Quecksilber nebeneinander in organischen Verbindungen 70.

Stanley, E. L., Baum, H., und Gove, J. L. Bestimmung von Dimethylamin in technischen Methylaminen 456.

Stearns, J. A., siehe Grummit, O.

Steele, S. D., und Russell, L. Löslichkeit von Aluminiumoxinat 38.

Stefanovič, G., und M. Bestimmung von Schwefel in organischen Substanzen 67.

Stefanovič, M., siehe Stefanovič, G.

Stehr, E. Nitrometer 61.

Steinbach, J., und Freiser, H. Herstellung von Normallauge mittels basischen Anionenaustauschers 428.

Steinbach, O. F., siehe Smith, G. B. L.

Steiner, I. Anwendung von UV-Licht bei der Analyse von Arzneimitteln 227.

Stephen, W. I., siehe Nutten, A. J.

Sternberg, H. W., Wender, I., und Orchin, M. Analyse der Mischungen von Dikobaltoctacarbonyl und Kobaltcarbonylanion 210.

Sternglanz, P. D., Thompson, R. C., und Savell, W. L. Bestimmung von Stickstoff nach Dumas in schwer verbrennbaren organischen Substanzen 61.

Steyermark, Al., Alber, H. K., Aluise, V. A., Huffman, E. W. D., Jolley, E. L., Kuck, J. A., Moran, J. J., und Willits, C. O. Mikro-Carius-Methode der Halogen-, S-, As-Bestimmung 287.

Stieger, A. Elektrochemie, 1. Teil: Theoretische Grundlagen 46 [L].

Stitt, F., und Tomimatsu, Y. Nachweis von Quecksilberdämpfen 193.

Stitt, F., Tjensvold, A. H., und Tomimatsu, Y. Bestimmung von Äthylen in der Luft 301. — Nachweis von Quecksilber mittels Kaliumselenocyanid 193.

Strain, H. H., siehe Sato, T. R., sowie Spoehr, H. A.

Strange, Th. E. Bestimmung von Tragant in Ketschup und ähnlichen Tomatenerzeugnissen 301.

Strickland, J. D. H., siehe Polson, D. S. C., sowie Spicer, G. S.

Stroud, S. W. Trennung von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure 461.

Stuber, B., Russmann, A., und Pröbsting, E. A. Farbreaktion auf Adrenalin 102.

Stübner, K. Fluorescenzmikroskopische Erkennung von DDT 77.

Stumpf, K. E. Zur Bestimmung des Aluminiums als Oxychinolat (Beitrag zur „Fällung aus homogener Lösung") 30 [Or].

Sudo, E. Extraktion der Oxinate von Aluminium und Kupfer durch Lösungsmittel 275.

Süe, P., siehe Bonnin, A.

Sugár, E., siehe Szabó, Z. G.

Sullivan, J. D., siehe Pavlish, A. E.

Sumcov, B. Ascorbigen in Pflanzenmaterial 383.

Suzuki, T., siehe Tagaki, S.

Swank, H. W., und Mellon, M. G. Molybdänreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Sweeney, J. P., und Hall, W. L. Bestimmung von Nicotinsäure und Nicotinsäureamid nebeneinander 398. — Colorimetrierung von Vitamin B_6 399.

Sweet, R. C., Rieman III, W., und Beukenkamp, J. Analyse von Alkalien in Silikaten mittels Ionenaustauscher 429.

Sweet, T. R., siehe MacNevin, W. M.

Swenson, E. G., und Thorvaldson, T. Bestimmung von Strontium- und Bariumoxyd 160. — Kalkbestimmung in Portlandzement, Mischungen von Ca-Aluminat und -Silicat 159.

Swenson, H. A., siehe McCready, R. M.

Swern, D., Findley, Th. W., Billen, G. N., und Scanlan, J. T. Analyse von Dieldrin 460.

Synge, R. M. L., siehe Consden, R.

Syrkin, K., und Anisimova, K. M. Polaritätsmessung an Jodpyridin 107.

Szabó, Z. G,. und Bartha, L. Bestimmung kleiner Nitratmengen 133. — Nitratbestimmung mit Kupfersalz als Katalysator 134.

Szabó, Z. G., und Csányi, L. Jodometrische Bestimmung von Bromid 204.

Szabó. Z. G., und Sugár, E. Bestimmung von Eisen, Chromat, Vanadat, Jod, Jodat, Bromat und Cyanoferrat 435.

Szlaczka, K., siehe Konopik, N.

Takagi, S., Suzuki, T., und Imaeda, K. Bestimmung heterocyclischer Aminoverbindungen 228.

Takahashi, K. Arsenbestimmung in organischen Verbindungen 287. — Neutralisation von Diarylarsin- bzw. diarylarseniger Säure 296.

Takamine, J. Darstellung von Adrenalin 101.

Tanner, H., und Rentschler, H. Bestimmung von SO_2 in Rotwein und Fruchtsäften 150.

Tarköy, N. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Tauböck, K. Fluorescenzreaktion auf Chromatogrammen 424.

Tavernier, J., siehe Brugirard, C.

Taylor jr., V. E., und Schwarting, A. E. Papyrographische Trennung von Mutterkornalkaloiden 385.

Temirehko, siehe Mal'cev.

Terry, E. A., siehe MacNulty, B. J.

Thies, H., Souci, S. W., und Kallinich, G. Colorimetrische Bestimmung von Ketohexosen 148.

Thistlethwaite, W. P. Phosphorsäure, Titration mit Bismutylperchlorat 135.

Thomas, A., siehe Ikenberry, L. C.

Thomas, B. W., Faegin, F. J., und Wilson, G. W. Kontrollapparat für Toluolgehalt in Raffinerieprodukten 392.

Thomas, J., und Lagrange, G. Spektrophotometrische Analyse von Gemischen der Sulfonamide 231. — Siehe auch Lagrange, G.

Thomas, R. W. Massenspektrometrische Bestimmung von schwerem Wasser 270.

Thomason, P. F., siehe Horton, A. D.

Thompson, J. F., und Morrison, G. R. Stickstoffbestimmung durch Nesslerisieren 64.

Thompson, R. C., siehe Sternglanz, P. D.

Thorvaldson, T., siehe Swenson, E. G.

Thunberg, T. Nitrosylreaktion auf Mercaptoverbindung 261.

Tiersma, P., und Venekamp, J. T. N. Veratrolverfahren zur Milchsäurebestimmung 154. — Siehe auch Kruisheer, C. J.

Tilden, D. H. Papierchromatische Trennung von Teerfarbstoffen in Nahrungsmitteln usw. 380.

Tillson, A. H., und Wilson, J. B. Optische Prüfung der Cyclohexylsulfaminsäure 301.

Tiselius, A. Übereinstimmung der R_f-Werte 323.

Tiselius, A., und Hagdahl, L. R_f-Werte in der Säulenchromatographie 322.

Tjensvold, A. H., siehe Stitt, F.

Török, T. Spektralanalyse von Verunreinigungen in Aluminium und Al-Legierungen 363.

Tomimatsu, Y., siehe Launer, H. F., sowie Stitt, F.

Tornow, E. Nachweis von Gift und Unkraut in Getreide und Mehl 446 [L].

Torrent, J. A. Wasserbestimmung im Honig 150.

Trachmann, O., siehe Curtius, Th.

Trant, M., siehe Lyman, C. M.

Treadwell, W. D., und Bernasconi, E. Fällung von Aluminium mit Natriumfluorid 22.

Treadwell, W. D., Amrein, E., und Bodener, A. E. R. Spektrochemische Bestimmung von Silber in Pb-Ag-Legierungen 362.

Trombe, F. Fraktionierte Hydroxydfällung seltener Erden 195.

Trueblood, K. N., siehe Schroeder, W. A.

Truhaut, R., siehe Fabre, R.

Tschirch, E. Bestimmung des Zuckers in Harn 318.

Tulane, V. J., siehe Donaldson, K. O.

Tulbor, siehe Larsen.

Uffelie, O. F. Jodometrische Bestimmung von Lobelin 371. — Polarographische Bestimmung von Lobelin 371.

Unterzaucher, J. Direkte Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 60.

Vanossi, R. Nachweis von Indium 275. — Nachweis von Rhodium und Iridium 211. — Trennung und Identifizierung von Platin, Palladium, Tellur, Kupfer, Wismut und Cadmium 211. — Verteilungsanalyse von In-Bromid 167.

Varela, G. Polarographische Bestimmung von wasserlöslichem Vitamin K 372.

Vastagh, E., siehe Vastagh, G.

Vastagh, G., Vastagh, E., und Gervay, V. Chlorbestimmung in Insecticiden 459.

Vavoulis, A., siehe Cheronis, N. D.

Večeřa, M. und Jureček, M. Colorimetrierung von Phenylhydrazin in Antipyrin 233. — Siehe auch Jureček, M.

Vega, C. M. Oxalsäurebestimmung neben Citronensäure 143.

Venekamp, J. T. N., und Kruisheer, C. J. Colorimetrierung von Milchsäure 155. — Siehe auch Kruisheer, C. J., sowie Tiersma, P.

Venkataramaniah, M., und Raghava Rao, Bh. S. V. Zirkonbestimmung mittels Benzilsäure 199.

de Verdier, C. H., und Ågren, C. Nutzen der R_f-Werte 323.

Verdino, A. Kreatininbestimmung in Fleischprodukten 157. — Reinigung von kreatininhaltigen Lebensmitteln 157.

Vespe, V. C., und Boltz, D. F. Analyse von Gemischen des Eugenols mit Isoeugenol 317.

Vial, J., siehe Paris, R. A.

Viale, G. Farbreaktion auf Adrenalin 102.

Villar-Palasi, V., siehe Fontán-Candelar, J. L.

Vioque-Pizarro, A. Gossypol als Reagens 119.

Viscontini, M. Abspaltung endständiger Glycingruppen bei Bestimmung von Peptiden 67.

Viswanadham, C. R., und Gopalo Rao, G. Verhalten von Eisen(II)-salz in Gegenwart von Oxalsäure 258.

Vita, D., und de Angeli, L. Analyse von Dieldrin durch Gesamtchlorbestimmung 461.

Vivarelli, S. Abhängigkeit des Halbstufenpotentials von der Ionenstärke 367.

Vláčil, F., und Hovorka, V. Mikrochemischer Nachweis von zweiwertigem Eisen 140.

Vogel, D. L., siehe Muller, Y. M. F.

Volotovskij, D. P. Bestimmung des Frischheitsgrades von Milch 452.

Vongerichten, E. Farbnachweis von Pyridin 297.

Voroncova, E. I., siehe Chalizova, O. D.

Vouk, V. B., und Weber, O. A. Bestimmung von Tetranitromethan in Luft 303.

Vulpian, A. Farbreaktion auf Adrenalin 101.

Wada, I., und Ishii, R. Verteilung von Bromiden in HBr und Diäthyläther 167.

Wade, P. Potentiometrische Titration kleiner Bromidmengen 204.

Wachsmuth, H., und Cornelis, K. Nachweis und Bestimmung von Zink 131.

Wachtel, U., siehe Blasius, E.

Waentig, P. Darstellung von Jodpyridin 106. — Siehe auch Beckmann, E.

Wagner, H., siehe Decker, P., sowie Dirscherl, A.

Wahl, R. Flavonolglucosid in Tabak 423.

Waldmann, E., siehe Prey, V.

Wallach, O., und Belli, L. Umwandlung aromatischer Azoxyverbindungen durch Schwefelsäure 296.

Walter, J. L., und Freiser, H. Bestimmung von Cadmium durch 2-(o-Oxyphenyl)benzoxazol 438.

Walter, W., siehe Heyns, K.

Walton jr., C. F., siehe Broeg, C. B.

Wanner, H. Genauigkeit von Zuckerbestimmungen in Pflanzenextrakten 454.

Ward, F. L., siehe Lederer, M.

Wattenberg, H. Nitritbestimmung 133.

Weaver, J. R., siehe Johnson, H. O.

Weber, O. A., siehe Vouk, V. B.

Webster, J. G., und Dawson, J. A. Polarographische Bestimmung von 2,3,5,6-Tetrachlornitrobenzol 370.

Wegner, E. Beitrag zur Methodik der papierchromatographischen Identifizierung des Rutins und seines Nachweises in Tabakauszügen 423 [Or]. — Trennung und Erkennung der Polyphenole in Tabak 423.

Weiss, J. Über die „aktive Oxalsäure" 257.

Wender, I., siehe Sternberg, H. W.

Wendt, F., siehe Schenck, C.

Wenger, P.-E., Monnier, D., und Epars, L. Analytische Studien an Chinaldinsäure 297. — Colorimetrische Messungen an Eisen(II)-chinaldinsäurekomplex 298.

Wenger, P.-E., Monnier, D., und Pamm, I. Erfassung von Sulfid-Ion durch Ammoniummolybdat 201.

Wenger, P.-E., Monnier, D., und Schmidgall, H. Polarographische Bestimmung von Pikrinsäure 370.

Werbin, H., siehe Sobel, A. E.

van der Werf, C. A., siehe Zingaro, R. A.

Werner, I. Identifizierung von Zucker durch Röntgenstreuung 294.

West, Ph. W., und Carlton, J. K. Extraktion von Bleijodid durch organische Lösungsmittel 275.

West, Ph. W., und Granatelli, L. Mikroskopischer Nachweis von Chrom(III)-Ionen 137.

West, Ph. W., und Longacre, L. A. Nachweis von Kobalt 206.

West, Ph. W., Senise, P., und Carlton, J. K. Mikrochemischer Nachweis von Wismut 199.

West, T. S., siehe Belcher, R.

Westall, R. G., siehe Bate-Smith, E. C., sowie Partridge, S. M.

Westphal, W. H. Kleines Lehrbuch der Physik ohne Anwendung höherer Mathematik 426 [L].

Whalley, C., und Wyatt, G. H. Porzellangeräte für Mikroanalyse 125.

Whettem, S. M. A., siehe Haslam, J.

White, M. D. L., siehe Hartman, L.

White, W. H., und Grant, G. A. Qualitätsbestimmung von Trockenei 301.

Whitley, A., siehe Anderson, J. R. A.

Wichterle, O., und Hudlický, M. Bestimmung von Oximen durch Colorimetrie 145. — Siehe auch Roček, J.

Wiederkehr, V. R., siehe Smith, G. F.

Wieland, Th. Einfluß des Aschengehaltes von Papier bei R_f-Werten 326. — Siehe auch Kawerau, E.

Wigren, N., siehe Nylén, P.

Wijmenga, H. G., und Hurenkamp, B. Cyanbestimmung in Vitamin B_{12} 399.

Wilcox, Ph. E., siehe Schroeder, W. A.

Wilke-Dörfurt, E., siehe Biltz, W.

Wilkinson, J. F., siehe Papastamatis, S. C.

Will, F., siehe Yoe, J. H.

Willard, H. H. Bestimmungen durch Fällung aus homogener Lösung 30.

Williams und Daniels. Bestimmung von Chlorbenzol und Benzol refraktometrisch nebeneinander 77.

Williams, D. D., und Miller, R. R. Bestimmung des Oxydgehalts in metallischem Natrium 158.

Williams, K. T., siehe Bevenue, A.

Willits, C. O., siehe Steyermark, Al.

Wilska, S. Bestimmung von Spurenelementen in Wasser 49.

Wilson, C. L., siehe El-Badry, H. M., sowie Brindle, T.

Wilson, C. W. Fluorescenzreaktion auf Flavonole 424. — Siehe auch Thomas, B. W.

Wilson, H. N. Bestimmung von Phosphor als Chinolinphosphormolybdat 42.

Wilson, J. B. Bestimmung von Sucaryl in zuckerfreien Getränken 300. — Siehe auch Tillson, A. H.

Wintersberger, K. Bestimmung von Polysulfidschwefel 246.

Wittig, G. Tetraphenylbornatrium, Fällungsreagens für K, (NH_4) 9.

Wittig, G., Keicher, G., Rückert, A., und Raff, P. Tetraphenylbornatrium und -lithium, Fällungsreagens für K, Rb, Cs, (NH_4) 9.

Wittig, G., und Raff, P. Tetraphenylbornatrium, Fällungsreagens für K, (NH_4) 9. — Umsetzung von Kaliumtetraphenylborat zu Phenylmetaborat 241.

Wizinger, R., und Biro, V. o-[α-(2-Oxy-5-sulfophenylazo)-benzilidenhydrazino]-benzoesäure, als Zn-Reagens 131.

Wobisch, F., und Schneyder, J. Colorimetrischer Nachweis von Holunderbeerfarbstoff in Wein 151.

Wöhler, L., und Spengel, A. Verteilungsanalyse von Platinbromid 167.

Wogrinz, A., und Smelik, J. Die Untersuchung und Richtigstellung galvanotechnischer Bäder und die Erprobung galvanotechnischer Metallniederschläge 74 [L].

Wokes, F., siehe Daglish, C.

Wollish, E. G., siehe Pifer, C. W.

Wünsch, L., siehe Přibil, R.

Wyatt, G. H., siehe Whalley, C.

Yanowski, L. K., siehe Ryan, J. C.

Yoe, J. H., siehe McBryde, W. A. E., sowie Parsons, J. S.

Yoe, J. H., und Armstrong, A. R. „Tiron" als Reagens auf Eisen und Titan 201.

Yoe, J. H., und Cogbill, E. C. Farbreaktionen zum Nachweis von Lewisit und Äthyldichlorarsin 394.

Yoe, J. H., und Rush, R. M. Colorimetrischer Nachweis von Zink 131.

Yoe, J. H., und Will, F. Farbreagens auf Molybdän 201.

Young, L. E., siehe Randall, M.

Zábranský, Z., siehe Přibil, R.

Zahn, H., und Räuchle, A. Über einen papierchromatographischen Nachweis von Methylol-Verbindungen 357 [Or].

Zak, B., Chase, J. D., Myers, G. B., und Boyle, A. J. Spektrochemische Bestimmung von Gold in Serum 363.

Zannier, H., siehe Rüdorff, W.

Zeagas, G. J., siehe Mehlig, J. P.

Zechner, S., siehe Fernlund, U.

von Zeppelin, H., und Fuchs, J. Maßanalytische Bestimmung des Fluors mittels Zirkonsalz 201.

Zerban, F. W., Martin, J., Erb, C., und Sattler, L. Spektrophotometrie an Rohzuckerlösungen 148.

Zerban, F. W., Sattler, L., und Martin, J. Spektrophotometrie wäßriger Rohrzuckerlösungen 148.

Zimmermann. Eliminierung chromogener Verunreinigungen bei der Bestimmung der 17-Ketosteroide 320.

Zimmermann, G. Kenntnis und Kritik der R_f-Werte in der Papierchromatographie 321 [Or]. — Einfluß der Tropfmethode auf R_f-Werte in der Papierchromatographie 324. — Ringpapierchromatographie an Proteinen nach der Tropfenmethode 379.

Zimmermann, W. Mikrobestimmung von Stickstoff in der Elementaranalyse 61. — Druckausgleichsgefäß zur Elementaranalyse von Stickstoff 63.

Zincke, T. Bestimmungsmethode von Chlor 405.

Zingaro, R. A., van der Werf, C. A., und Kleinberg, J. Polare Struktur des Jodpyridins 107.

Zuman, P. Polarographische Bestimmung von Sulfhydrylverbindungen in Früchten 299.

Sachverzeichnis.

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.

Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen.)

Abreißbogen, Bedeutung bei der spektrochemischen Analyse 361.

Absorptionsröhren, aus korrosionsfestem Stahl 280.

Absorptionsspektren, Verwendung bei Untersuchung von Sprengstoffgemischen 188.

Abwasser, siehe Wasser.

Acaricide, Schädlingsbekämpfungsmittel 463.

Acetaldehyd, Trennung aus Aldehydmischungen durch Säulenchromatographie 289.

Acetanilid, Bestimmung als Tribromanilin 229.

Acetat, Titration in Eisessig 57.

Acetonitril, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Acetylaceton, Spurennachweis in wäßriger Lösung 143.

Acetylen, Bestimmung von Phosphor 307.

Acidität, Bestimmung in Mehl und Teigwaren 451.

Acridinderivate, papierchromatographische Trennung 381.

Acriflavin, papierchromatographische Abtrennung 381.

Adanon, siehe Methadon.

Adenin, Nachweis im UV durch Papierchromatographie 374.

Adrenalin, Nachweis durch Farbreaktionen 101; zum Nachweis von Zink 131.

Äpfelsäure, colorimetrische Bestimmung in Wein und Most 447.

Äthanol, Verwendung als Lösungsmittel in der Spektrophotometrie 188.

Äther, Lösungsmittel beim papyrographischen Nachweis von Metall-Ionen 386.

Ätherische Öle, Bestimmung in Fruchtsäften 299.

p-Äthoxychrysoidin, als Indicator bei der Jodid- und Silbertitration 205.

Äthylacetat, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Äthyldeuterid, siehe Deuteriumverbindungen 269.

Äthyldichlorarsin, Nachweis durch Farbreaktionen 394.

Äthylen, Bestimmung in der Luft 301.

Äthylendiamin, Lösungsmittel zur nichtwäßrigen Titration von aliphatischen Aminen 58.

Äthylendiamintetraacetat (Komplexon III), Titration von Calcium in Arzneimitteln 270; Titration von Eisen(III)-salz 249; siehe auch Komplexon III.

Äthylendichlorid, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Ätzkalk, Bestimmung von Phosphor 306.

Alanin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Aldehyde, Farbreaktion mittels Orcin 144; Bestimmung durch Oximierung

290; Trennung von Ketonen durch Ionenaustausch 190.

Alginsäure, Bestimmung 151.

Aliphatische Amine, papierchromatographische Trennung 376.

Alkalimetalle, qualitative und halbquantitative Analyse 121; Trennung und Bestimmung in Silikaten durch Ionenaustausch 428.

Alkalipolysulfide, jodometrische Bestimmung nach Oxydation 245.

Alkalität, Bestimmung in Bleichlaugen 159.

Alkaloide, papyrographische Trennung, auch anderer Basen 385; Titration in Eisessig 56.

Alkaloidsalze, Bestimmung durch Ionenaustausch 190.

Alkohol, Bestimmung in Wein 150; siehe auch Äthanol.

Alkohole, höhere, Bestimmung in Whisky und Trinkbranntweinen 449.

Alkoholglycerinmethode, zur Bestimmung von Calcium in Zement usw. 160.

Alkydharze, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid 226.

Alkylarylsulfonsäure, Ortsbestimmung der Sulfogruppe 145.

d-Altro-d-fructose-heptose, siehe Sedoheptulose.

Aluminium, Fällung mit Natriumfluorid 22; Bestimmung als Oxychinolat 30; Mikrobestimmung als Oxinat 196; Extraktion des Oxinats zur Bestimmung 275; Störungen bei der Bestimmung mit Aurintricarbonsäure 196; Bestimmung in Ferrosilicium und Silicoaluminium 312, 313; im Stahl 219; in Wasser 214; des Sauerstoffgehaltes 309; colorimetrische Bestimmung eines Borgehalts 390; Trennung und Bestimmung von Bor durch Destillation als Borsäuremethylester 22; Bestimmung neben Silicium 440; photometrische Bestimmung in Zink und Stahl 219; spektralanalytische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 48; in Stahl 363; von Verunreinigungen 363; Spurenbestimmung 46, 49, 50, 51, 52.

Aluminiumborlegierungen, Bestimmung von Bor 18.

Aluminiumoxinat, Löslichkeit 38.

Aluminiumoxyd, Bestimmung als oxydischer Einschluß in Stahl 223; (nach Brockmann) Verwendung als Ionenaustauscher 190; in der „*Carrier*"-Methode (Spektralanalyse) 360; zur chromatographischen Adsorptionsanalyse von Vitamin D 1, 3.

Aluminiumsalz, Titration in Eisessig 57.

Aluminon, siehe Aurintricarbonsäure.

Amalgame, Beständigkeit 345; Gewinnung durch Elektrolyse an Quecksilberkathode 339.

Amberlite IR 100, Kationenaustauscher 430; IR 120, Verwendung als Ionenaustauscher 191; IRA 400, Anionenaustauscher 190, 428.

Amerikanische Einheitsverfahren, Bestimmung von Chlor in Wasser 404.

Amidon, siehe Methadon.

Amine, Titration in Eisessig 56.

5-Aminoacridin (Monacrin), papierchromatographische Abtrennung 381.

4-Aminoantipyrin, Hilfsmittel zur Phenolbestimmung in Wasser 215.

Aminobuttersäure, papierchromatographischer Nachweis 377.

p-Aminophenolhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

p-Aminosalicylsäure (PAS), Colorimetrierung in biologischem Material 397.

5-Aminosalicylsäure, Unterscheidung von p-Aminosalicylsäure 229.

Aminosäuren, Entfernung von Citratpuffer mittels Ionenaustauschern 189; papierchromatographischer Nachweis 377.

α-Aminosäuren, Nachweis durch Gruppenreaktion 144.

Aminostickstoff, Bestimmung in Glycin und Glycylpeptiden 66; siehe auch Stickstoff.

Aminoverbindungen, Bestimmung heterocyclischer 228.

Ammoniak, Nachweis als Gas 432; neben Antimonwasserstoff 434; neben Arsenwasserstoff 434; Phosphorwasserstoff 434; jodometrische Mikrobestimmung 273.

Ammonium, Bestimmung mit Tetraphenylbornatrium in mineralsaurer Lösung 9; neben K mit Tetraphenylbornatrium 13; Tetraphenylboratfällung mit Kalium zusammen 161.

Ammoniumjodid, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Ammoniumsalz, Titration in Eisessig 57.

Ammoniumsulfat, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Amperometrie, As- und Sb-Bestimmung 136.

Analytische Reaktionen, absolute und praktische Empfindlichkeit 427.

Anatas, Bestimmung in Titanpigmenten durch Röntgenstrahlen 116.

Aneurin, Bestimmung durch Fluorometrie 239; Bestimmung in Nahrungsmitteln 240.

Aneurinhydrochlorid, Bestimmung durch Titration in Eisessig 55.

Aneurinmononitrat, Bestimmung durch Titration in Eisessig 55.

Anhydride, siehe auch organische Säuren.

Anilin, Bestimmung als Verunreinigung in Antipyrin 233; potentiometrische Titration in nichtwäßriger Lösung 59; Umsetzung mit Säureanhydriden zu deren Bestimmung 291.

Anilinderivate, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Anilinhydrogenphthalat, Reagens für Glucose 319.

Anionenaustauscher, Amberlite IRA400 190, 428; Dorex 2, 189; Verwendung zur Gewinnung von n-Natronlauge 428.

Anorganische Salze, Titration in Eisessig 56.

Anthron, Hilfsmittel zur Colorimetrierung von Natriumcarboxymethylcellulose 393; Kohlenhydratbestimmung mittels seiner Äthylacetatlösung 143.

Antihistamine, Colorimetrierung von Phenergan 234.

Antimon, amperometrische Titration 136; elektrolytische Bestimmung 137; R_f-Werte in Ätherlösung 387.

Antimon(III)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 174.

Antimon(V)-bromid, Verteilung zwisch. HBr-Lösung und Diäthyläther 174.

Antimonsalz, Titration in Eisessig 57.

Antimonwasserstoff, Nachweis neben Ammoniak 434; Nachweis als Gas 433.

Antioxydans, Verwendung von 3-tert.-Butyl-4-oxyanisol 450.

Apfelwein, Bestimmung von Tannin usw. 448.

Aramite, Bestimmung von Chlor 458.

Arginin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Arsen, Nachweis in Natriumnitrit 224; Abscheidung an Quecksilberkathode 347; amperometrische Titration 136; Bestimmung in biologischem Material 80; Elementaranalyse 287; R_f-Werte in Ätherlösung 387.

Arsen(III), volumetrische Bestimmung durch Vanadin(V)-Lösung 276.

Arsen(III)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 174.

Arsenwasserstoff, Nachweis als Gas 433; neben Ammoniak 434.

1-(o-Arsonophenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfosäure, Farbreagens auf Thorium, siehe auch Thoron 202.

Arzneimittel, Alkalibestimmung in Carbonsäuresalzen durch Titration 227; allgemeines Analysenverfahren zur Untersuchung 227; Analyse von Analgetica 228.

Ascorbigen, siehe Ascorbinsäure.

Ascorbinsäure, papierchromatographischer Nachweis 383; papyrographischer Nachweis in Kohl 383; papyrographischer Nachweis und Bestimmung in Citronensaft 383; siehe auch Vitamin C.

Asparaginsäure, papierchromatographischer Nachweis 377.

A.S.T.M.-Methode, Phthalsäurebestimmung 226.

Atebrin, papierchromatographische Abtrennung 381.

Atmosphärische Luft, siehe Luft.

Aufarbeitung gebrauchter Industrieöle (Ohlenschläger) 73 [L].

Aurintricarbonsäure (Aluminon), Aluminiumbestimmung 214; Störungen bei der Aluminiumbestimmung 196.

Azid, Titration in Eisessig 57.

Azoxygruppen, Mikronachweis mittels Schwefelsäure 296.

Barbitursäure, Anwendung zur Photometrierung von Chlor in Wasser 404; von Cyanid und Rhodanid 414.

Barium, spektralanalytische Spurenbestimmung 49, 50, 52, 53; Nachweis und Bestimmung 121.

Bariumoxyd, Verwendung als Trockenmittel 125.

Bariumperchlorat, Verwendung zur Trennung von Phosphaten 401.

Bariumsalz, Titration in Eisessig 57.

Bariumsulfat, elektronenmikroskopische Prüfung 438.

Benzidin, zum colorimetrischen Nachweis von Zink 131; Hilfsmittel zum colorimetrischen Chlornachweis in Wasser 213; Reagens zur Tetranitromethanbestimmung in Luft 304.

Benzilsäure, Fällungsmittel f. Zirkon 199.

Benzoesäure, Nachweis in Nahrungsmitteln 446; Bestimmung der Alkalisalze durch Titration in wasserfreier Lösung 228; Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Benzol, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Benzolcarbonsäuren, Identifizierung durch Aufstellung von Absorptionskurven der UV-Spektren 296.

Benzolhexachlorid, Analysenmethoden 459; siehe auch Hexachlorcyclohexan.

Benzolhomologe, Lösungsmittel zur Oxinatextraktion von Al und Cu 275.

1,2,4,6-Benzoltetracarbonsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

1,2,3,6-Benzoltetracarbonsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

1,2.3,4.6-Benzolpentacarbonsäure, Absorptionskurve d. UV-Spektrums 296.

Benzylamin, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

2-Benzylpyridin, Reaktion des Photoproduktes mit Mercaptoverbindungen 262.

Bernsteinsäure, chromatographische Trennung 55.

Beryllium, Leitelement zur Spektralanalyse 46; spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 52; Bestimmung neben Silicium 440; Trennung von Titan und Uran 441.

Bier, spektrophotometrische Bestimmung des Eisengehalts 449.

„BiJ 1,5", Reagens zum Mikronachweis von Nicotylamid 240.

Biologisches Material, Nachweis von Hexose-Phosphorsäureestern 319; amperometrische Titration von Chlorid 395; Bestimmung von Arsen 80; gleichzeitige, von Ca, Mg, Na und K 317; von Chrom 443; von Diäthylbarbitursäure in Blut und Harn 319; Kreatin, Kreatinin und chromogener Substanz 320; siehe auch Blut, Gewebe, Harn, Plasma, Serum.

Birnenmost, Bestimmung von Tannin usw. 448.

Bismutylperchlorat, Verwendung zur Titration der Phosphorsäure 135.

Bismutylperchloratlösung, Verwendung bei der polarometrischen Titration von Phosphaten 404.

Blei, Nachweis durch Thioharnstoffkomplexverbindungen 432; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 52; Titration mittels Komplexon 272; Bestimmung in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391; des Sauerstoffgehaltes 308.

Bleiacetat, Reagens auf Mercaptoverbindungen 261.

Blei-Calciumlegierungen, Ca-Bestimmung 438.

Bleichlaugen, Bestimmung der Alkalität 159.

Bleisalz, Titration in Eisessig 57.

Blut, colorimetrische Kaliumbestimmung 79; Papyrographie von 4-Oxycumarinderivaten 382; Bestimmung von Magnesium 79; von Kohlenoxyd 396; von Diäthylbarbitursäure 319; von Kreatin, Kreatinin und chromogener Substanz 320; von PAS 397; von Vitamin A und Carotin 237.

Blutserum, Bestimmung von Nichteiweißstickstoff 396.

Blutlaugensalz, gelbes, Bestimmung durch Komplexontitration über Zinksulfat 273.

Bodensuspensionen, Prüfung der p_H-Messung mit Glaselektrode 390.

Bogengerät, für Wechselstromabreißbogen 361.

Bonbonsirup, SO_2-Bestimmung 300.

Bor, colorimetrische Bestimmung in Al mittels Dianthrimid 390; Trennung von Aluminium als Borsäuremethylester 22; Titration in Al-Legierungen nach Abscheidung des Al 24; Trennung von Al durch Fällung als Bariumborotartrat 23; Bestimmung in Molybdän 217; in Legierungen 217;

in borhaltigen Al-Cu-Legierungen 18; in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391; siehe auch Borsäure.

Borat, Titration in Eisessig 57.

Borsäure, Nachweis mittels neuer Reagenzien 274; Titration unter Mannitzusatz 20; Titration in Gegenwart von Aluminium 19; alkalimetrische Bestimmung neben Metallen durch deren Maskierung mit Komplexon III 274; Bestimmung in Glas 275.

Brenzcatechin, Azoderivate zum colorimetrischen Borsäurenachweis 274; Farbreaktion 295.

Brenzcatechindimethyläther, siehe Veratrol.

Brom, Nachweis in organischer Bindung 156; in Milch 157; Bestimmung in α-Bromacylcarbamid, Carbromal und Bromvaleton 233; Mikrobestimmung in organischen Verbindungen 285.

α-Bromacylcarbamid, Bestimmung des Bromgehalts 233.

Bromat, potentiometrische Bestimmung bei Cu-Anwesenheit 123; stannometrische Bestimmung 435; Titration in Eisessig 57.

Bromid, jodometrische Bestimmung 204; potentiometrische Titration 204; Titration in Eisessig 57.

Bromierung, Hilfsmittel zur Bestimmung von Phenol- und Kresolgemischen 295.

Bromvaleton, Bestimmung von Brom 233.

Bromwasserstoffsäure, Verteilungsanalyse in Diäthyläther 169.

Brucin, Titration in nichtwäßriger Lösung 59; Absorptionsspektrum im Ultraviolett 298.

Butalgin, siehe Methadon 234.

Butan, massenspektrometrische Bestimmung in 2-Methylpropan 269.

Butylaldehyd, Trennung aus Aldehydmischungen durch Säulenchromatographie 289.

Butylaminhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

3-tert.-Butyl-4-oxanisol, Bestimmung neben 2-tert.-Butyl-4-oxyanisol 450.

2-tert.-Butyl-4-oxyanisol, Bestimmung neben dem isomeren 450.

n-Butylphosphat, Lösungsmittel zum Ausschütteln von Eisenrhodanid bei der Stahlanalyse 219.

n-Butyltitanat, Reagens zur Abscheidung von Phosphorsäure im Analysengang 122.

Butyraldehyd, Hilfsmittel für den Kobaltnachweis durch Tüpfelreaktion 206.

Cadmium, Nachweis durch Thioharnstoffkomplexverbindung 432; Abscheidung an Quecksilberkathode 347; spektralanalytische Spurenbestimmung 49, 50, 52; Bestimmung durch 2-(o-Oxyphenyl)benzoxazol 438; Titration mittels Komplexon 332; neben anderen Metallen 335; Bestimmung in Silberlot durch Elektrolyse 192; Trennung von Pt, Pd, Te, Cu und Bi 211.

Cadmiumsalz, Titration in Eisessig 57.

Caesium, Nachweis und Bestimmung 9, 121.

Calcium, Nachweis und Bestimmung 121; colorimetrische Bestimmung 129; elektrochromatographische Abtrennung 388; indirekte photometrische Mikrobestimmung 130; spektralanalytische Spurenbestimmung 53; Bestimmung als Sulfat 130; Trennung von Lithium durch Ionenaustausch 428; selektive Bestimmung in Bleicalciumlegierungen 438; selektive Trennung von Schwermetallen 438; Bestimmung von Silicium neben Ca 440; Bestimmung in biologischem Material 317; Komplexontitration neben Magnesium in biologischem Material 271; Komplexontitration in Arzneimitteln 270.

Calciumaluminat, Ca-Bestimmung mittels Alkohol-Glycerin-Methode 160.

Calciumcarbid, Bestimmung von Phosphor 306; getrennte Phosphorbestimmung in Acetylen und Rückstand 307; Verwendung als Trockenmittel 125.

Calciumhydroxyd, Bestimmung von Phosphor 306.

Calciummineralien, Ca-Bestimmung 438.

Calciumoleat, Lösewert für Phosphorsäuren 91; Verwendung zur Prüfung von technischem $Na_5P_3O_{10}$ 91.

Calciumoxyd (freier Kalk), in Portlandzement 159; Verwendung bei der „*Carrier*"-Methode (Spektralanalyse) 360.

Calciumpikrat, Anwendung zur Guanidinbestimmung 292.

Calciumsalze, Titration in Eisessig 57.

Calciumsilicat, Bestimmung mittels der Alkohol-Glycerin-Methode 160.

Calciumsulfat, siehe Drierit.

Capillar-Colorimeter, Verwendung in der Papierchromatographie 115 s. a. K.

Carbaminsäurederivate, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Carbazolderivate, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Carbonate, Titration in Eisessig 57.

Carbonsäuren, aliphatisch und aromatisch, Titration der Alkalisalze in wasserfreier Lösung 228.

Carbonylverbindungen, Bestimmung kleiner Konzentrationen 142.

Carbromal, Bestimmung von Brom 233.

β-Carotin, Bestimmungsmethode 400.

Carotin, Bestimmung in Blut 237; Bestimmung in Spinatbrei 455.

„*Carrier*"-Destillationsmethode, Anwendung zur Spurensuche von Elementen 50, 51; in der Spektralanalyse 59, 360; siehe auch Spektralanalyse.

Cer(IV)-salz, jodometrische Bestimmung 440.

Chemische Bestimmungsmethoden im klinischen Laboratorium und ihre Auswertung in der Praxis (Hinsberg und Merten) 395 [L].

Chemisches Praktikum für Studierende von Landwirtschaft, Tierheilkunde, Gartenbau, landwirtschaftlichem Gewerbe (Lehmann) 72 [L].

Chinaldinsäure, colorimetrische Messung 298; polarographische Reduktion 297; potentiometrische Titration 297.

Chininsulfat, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Chinolin, Verwendung zum Nachweis von Dichloräthan 142.

Chinolinhydrochlorid, Fällungsmittel zur Phosphorbestimmung 44.

Chinolinphosphormolybdat, Fällung zur Bestimmung von Phosphor 41.

Chlor, Nachweis und Bestimmung von freiem und gebundenem Cl in Wasser 213; photometrische Bestimmung in Wasser 404; Bestimmung in Nitratlösungen 444; in Formamidlösungen 457; in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391; in Insecticiden 459; in organischen Verbindungen 285.

α-Chloracrylsäuremethylester, colorimetrische Bestimmung in Luft 304; maßanalytische Bestimmung in Luft 305.

Chlorat, Titration in Eisessig 57.

Chlordan, Bestimmung von Chlor 458; colorimetrische Bestimmung 460.

2-Chlor-3,5-dinitro-benzotrifluorid, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

Chlordioxyd, Reinheitsprüfung auf Chloritgehalt 204.

Chlorid, Gehaltsschätzung in Milch 452; mercurimetrische Titration mit Hilfe von diphenylcarbaziddisulfosaurem Natrium als Indicator 203; Titration in Eisessig 57; Endpunktsbestimmung der Titration nach Kationenaustausch in Silberform 431.

Chlorit, jodometrische Bestimmung neben Hypochlorit und Chlorat 203.

Chloroform, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Cholesterin, Bestimmungsmethode 400; mikro-oxydimetrische Bestimmung 288.

Cholinsalze, Titration in Eisessig 57.

Cholsäure, Bestimmungsmethode 400.

Chrom, Abscheidung an der Quecksilberkathode 348; colorimetrische Bestimmung mit Diphenylcarbazid 442; Bestimmung neben Mangan in Stahl 221; spektralanalytische Bestimmung 49, 50, 51, 52, 363; Bestimmung in Blut 443; in Harn 443; in Luft 443.

Chrom(III), mikroskopischer Nachweis mit tert. Natriumphosphat 137.

Chromat, jodometrische Bestimmung 440; stannometrisch. Bestimmung 435.

Chromat-Ionen, elektrochromatographische Abtrennung 388.

Chromatographie, Gerät nach Chapon zum Vorlagewechsel bei der Säulenchromatographie 53; Bestimmung von Vitamin D an Aluminiumoxyd 3; Trennung physiologischer Fettsäuren an Silicagel 54; von natürlichen Proteinen nach der Tropfenmethode 379; siehe auch Papierchromatographie; sowie Säulenchromatographie.

Chromogene Substanz, Bestimmung in Blut und Plasma 320; Trennung durch Extraktion bei der Bestimmung der 17-Ketosteroide 320.

Chromotropsäure, Reagens auf Titan 122; Verwendung zur Titanbestimmung 197.

Chrysanthemin, Holunderbeerfarbstoff 151.

Citronensäure, Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288; Bestimmung der Alkalisalze durch Titration in wasserfreier Lösung 228; Bestimmung von Oxalsäure 143; Einfluß der UV-Bestrahlung auf den Gehalt in Milch 179.

Citrullin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Citrusfrüchte, Gehaltsbestimmung von Pektinsubstanzen 152.

Coffein, Nachweis durch Murexid 235.

Coffeincitrat, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

Corticosteroide, papierchromatographische Bestimmung 381; siehe auch Nebennierenrindenhormone.

Coulometrische Titration, Bestimmungsmethode für Eisen(II) und Arsen(III) 372; Schnellmethode zur Gesamtstrombestimmung 372; Versorgung mit höchstkonstantem Strom 372.

Crotonsäure, Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288.

Cumarin, Nachweis neben Vanillin 236.

Cyan, Mikrobestimmung in Vitamin B_{12} 399.

Cyanid, photometrische Bestimmung 414; Titration in Eisessig 57.

Cyanoferrat(III), stannometrische Bestimmung 435.

Cysteinhydrochlorid, Nachweisreaktionen 259.

Cystin, papierchromatographischer Nachweis 377.

DDT, Bestimmung von Chlor 458; fluorescenzmikroskopische Bestimmung 77.

„Dead-stop"-Verfahren zur Endpunktbestimmung bei reversiblen Redox-Systemen 117.

11-Dehydro-17-oxycorticosteronacetat, siehe Nebennierenrindenhormone.

Desoxycholsäure, Bestimmungsmethode 400.

Desoxycorticosteron, siehe Nebennierenrindenhormone.

Desoxycorticosteronacetat, siehe Nebennierenrindenhormone.

Deuteriumverbindungen, Mikrobestimmung 270; Mikrobestimmung in organischer Bindung 270; Bestimmung von Deuteromethan 269; Gehaltsbestimmung in Wasser durch Umsatz zu Äthyldeuterid 269; Bestimmung in Wasserproben 269, 270.

Dextrose, polarographische Bestimmung 370.

Diäthylbarbitursäure, Bestimmung in Blut und Harn 319.

Diäthylcellosolve, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

3,6-Diamino-10-methylacridinchlorid, siehe Tripaflavinchlorhydrat.

o-Dianisidin, Verwendung als Oxyadsorptionsindicator 127.

Diarylarsenige Säuren, potentiometrische Bestimmung der Neutralisation 296.

Diarylarsinsäuren, potentiometrische Bestimmung der Neutralisation 296.

Diazoniumsalze, Titration in Eisessig 56.

Dibutylamin, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

Dibutylaminhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

1,2-Dichloräthan, Nachweisreaktionen 142; Farbreaktion mit Chinolin 142; Trennung von 1,2-Dibromäthan 142.

p-Dichlorbenzol, Chlorbestimmung 458.

1,3-Dichlor-5,5-dimethylhydantoin, Chlorierungsmittel von Oximen 145.

Dichlordifluormethan (Freon), Nachweis und Bestimmung in der Luft 303.

2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Bestimmung sowie Trennung von anderen chlorierten Derivaten 461; Trennungsmethode in Gemischen 461.

Dichte, Bestimmung mittels Pyknometer 126.

Die Untersuchung und Richtigstellung galvanotechnischer Bäder, Erprobung galvanotechnischer Metallniederschläge (Wogrinz-Smelik) 74 [L].

Dieldrin, Insecticid: 1,2,3,4,10,10-Hexachlor-6,7-epoxy-1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4,5,8-dimethanonaphthalin 460; Analyse durch Umsetzung des Diäthylenoxydringes mit HCl 460.

Dikaliumquecksilber(II)-tetrarhodanid, Farbreaktion zum Nachweis von Adrenalin 104.

Dikobaltoctacarbonyl, Analyse in Mischungen 210.

1-(3′,4′-Dimethoxyphenyl-(6,7-diäthoxydihydroisochinolin) Chlorhydrat, siehe Tedryl (N. D.).

Dimethylamin, Bestimmung in technischem Methylamin 456.

p-Dimethylaminobenzaldehyd, Farbreaktion mit Orcin 144.

d,l-2-Dimethylamino-4,4-diphenylheptanon-5, siehe Methadon.

Dimethylaminopropylphenothiazin, siehe Phenergan 234.

Dimethylanilin, colorimetrische Bestimmung in Luft 305.

Dimethylformamid, Lösungsmittel zur nichtwäßrigen Titration von aliphatischen Aminen 58.

Dimethylolharnstoff, papierchromatographischer Nachweis 359.

Dimite, siehe DMC.

3,5-Dinitrobenzoat, Identifizierung von Alkoholen 288.

m-Dinitro-benzoylenharnstoff, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

2,4-Dinitro-6-chlorphenol, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

Dinitrophenylderivate von Aminosäuren, papierchromatographische Trennung 378.

p,p′-Dinitro-stilben-o,o′-dinatriumsulfonat, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

1,2-Dioxybenzol-3,5-dinatriumdisulfonat (Tiron). Reagens auf Molybdän 201.

Dioxyphenylalanin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Diphenylamin zur colorimetrischen Bestimmung von Zink 131.

Diphenylaminderivate, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Diphenylcarbazid, Colorimetrierung kleiner Cr-Mengen 442.

Diphenylcarbaziddisulfosäure, Natriumsalz, Indicator bei der mercurimetrischen Chloridtitration 203.

Diselenide, Bestimmung des Selengehaltes in organischen Seleniden 72.

Distickstoffoxyd, Bestimmung neben Stickstoffmono- und -dioxyd 456.

Dithiol, Verwendung zur Mo- und W-Bestimmung in Titan 311.

DMC, Insecticid Dimite: Bis-(p-chlorphenyl-)methylcarbinol 463.

Dolophin, siehe Methadon 234.

Dowex 2, Anionenaustauscher zur Entsalzung von Aminosäurelösungen 189.

Dowex 50, Verwendung zum Ionenaustausch 428; Kationenaustauscher zur Entsalzung von Aminosäurelösungen 189.

Drierit ($CaSO_4 \cdot 0{,}5\ H_2O$), Verwendung als Trockenmittel 125.

Düngemittel, titrimetrische Phosphorsäurebestimmung 136.

Dünnschichtpulvermethode, Analyse von Kristallpulvern durch Röntgenstrahlen 117.

Eichproben, Herstellung, Prüfung und Untersuchung für Spektralanalyse 47.

Eierteigwaren, Bestimmung des Eigehaltes 301.

Eigehalt, Bestimmung in Eierteigwaren 301.

Einführung in das Kunststoffgebiet (Schaefer) 73 [L].

Einführung in das physikalische Praktikum zum Studium der Physik als Nebenfach (Gerthsen und Pollermann) 427 [L].

Einführung in die Stöchiometrie (Nylén und Wigren) 46 [L].

Eisen, Abscheidung an Quecksilberkathode 347; colorimetrische Bestimmung 138; manganometrische Mikrotitration 138; spektralanalytische Spurenbestimmung 49, 50, 51, 52, 53; spektrophotometrische Bestimmung von Spuren 139; neben Schwermetallen 139; stannometrische Bestimmung 435; Titration mit Versenat 249; Mikrobestimmung in Reinkupfer 216; Trennung von Gallium an der Quecksilberkathode 353; Bestimmung in Kupferlegierungen 311; in Bier 449; in Melasse 316; siehe auch Stahl, Ferrolegierungen.

Eisen(II), Mikronachweis 126, 140; Tüpfelnachweis neben Eisen(III) 140; Tüpfelnachweis neben Cu 140.

Eisenerz, Phosphorbestimmung 41.

Eisenoxyd, Bestimmung als oxydischer Einschluß in Stahl 223.

Eisensalze, Titration in Eisessig 57; Verwendung zum Nachweis von Thioglykolsäure 260.

Eisen(III)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 175.

Eisen(III)-chlorid, Farbreaktion auf Adrenalin 101.

Eisen(III)-salz, Titration mit Versenat und Rhodanid als Indicator 249; Bestimmung neben Aluminium und Zink bei Citratanwesenheit 256.

Eisessig, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

Eiweiß, Schnellbestimmung in Wurst 158.

Eiweißhydrolysat, papierchromatographische Trennung 377.

Elektrochemie, 1. Teil: Theoretische Grundlagen (Stieger) 46 [L]; theoretische Grundlagen und Anwendungen (Milazzo) 46 [L].

Elektrochromatographie, siehe Papierchromatographie 387.

Elektrodenhalter, aus Stahl 361.

Elektrolyse, Antimonbestimmung 137.

Elektronenmikroskopie, Prüfung von Ba SO_4-Fällungen 438.

Elementaranalyse, Bestimmung von Kohlenstoff 60; Bestimmung von Wasserstoff 60; Mikrobestimmung von C und H in Stickstoffmedium 278; Bestimmung von Sauerstoff 60; Sauerstoffbestimmung (isotopisch) mit Hilfe von schwerem Sauerstoff 284; Bestimmung von Stickstoff 61, 62, 63, 64, 65, 66; selektive Bestimmung verschieden gebundenen Stickstoffs 66; Stickstoffbestimmung mittels Magnesium über Magnesiumnitrid 285; Bestimmung von Halogenen 68, 69, 70, 71; von Jod 70; von Fluor in festen Halogenverbindungen 69; Aufschluß mit metallischem Kalium, speziell für Cl- und Br-Bestimmung 285; Bestimmung von Halogeniden der Fettreihe 69; Schwefelbestimmung durch Elektrooxydation 67; Bestimmung von Schwefel und Halogenen 286; von Halogenen, Schwefel und Arsen 287; von Schwefel neben Stickstoff 67 von Selen in organischen Substanzen 72; gleichzeitige Bestimmung von Hg, S, Halogen in stickstoffhaltigen Verbindungen 71; von Jod und Quecksilber 70; Mechanismus der Silbersulfatbildung in der Mikroelementaranalyse 68; Verbesserung der Automatik am Verbrennungsofen 280; der Bestimmung nach Unterzaucher 62.

Empfindlichkeit analytischer Reaktionen 427.

Epihydrinaldehyd, Bestimmung in Fetten 449.

Erbsen, Bestimmung des Feuchtigkeitgehaltes 454.

Erdalkalimetalle, qualitative und halbquantitative Analyse 121.

Erdölgase, siehe Kohlenwasserstoffgase.

Ergometrinin, R_f-Wert 386.

Ergonovin, R_f-Wert 386.

Ergonovinmaleat, R_f-Wert 386.

Ergosterin, Bestimmungsmethode 400.

Ergotalkaloide, siehe Mutterkornalkaloide.

Ergotamin, R_f-Wert 386.

Ergotaminin, R_f-Wert 386.

Ergotamintartrat, R_f-Wert 386.

Ergotinin, R_f-Wert 386.

Ergotoxin, R_f-Wert 386.

Ergotoxinäthanolsulfat 386; R_f-Wert 386.

Erze, Kobaltbestimmung 207; Phosphatbestimmung mittels Ionenaustausches 428.

Essigsäure, Herstellungsmethode 151; Bestimmung der Alkalisalze durch Titration in wasserfreier Lösung 228; chromatographische Trennung 55; Titration neben Essigsäureanhydrid 291.

Eugenol, Bestimmung neben Isoeugenol 317.

Euglena gracilis zur mikrobiologischen Bestimmung von B_{12}-Vitaminen 399.

Extraktion, Isolierung von Bleijodid mit organischen Lösungsmitteln 275; Lösungsmittel für Al- und Cu-Oxinate 275.

Fällung aus homogener Lösung, Bestimmung von Aluminium mittels Harnstoff 30.

Ferrochrom, Analyse 219.

Ferrolegierungen, Stickstoffbestimmung 218; Analysen 219.

Ferroniob, Analyse 219.

Ferrosilicium, Aluminiumbestimmung 312; Analyse 219.

Ferrotitan, Analyse 219.

Ferrovanadin, Analyse 219.

Fette, Bestimmung von Epihydrinaldehyd 449; Mikrobestimmung des Glyceringehaltes 314; Bestimmung in Milch 153; blindwertfreie Peroxydbestimmung 450.

Fettsäuren, chromatographische Trennung an Silicagel 54.

Feuchtigkeit, Bestimmung des Gehaltes in Kohlen 75; in Kartoffel, Erbsen usw. 453; siehe auch Wasser.

Filterkombinationen, Linienisolierung bei dem Gebrauch der Quecksilberdampflampe 116.

Fluor, polarographische Bestimmung von Fluorid 369; spektrochemische Bestimmung 52; spektrophotometrische Bestimmung mit Hilfe von Thoron 202; titrimetrische Bestimmung durch Zirkonoxychlorid 201; Bestimmung in festen organischen Substanzen 69; in Gewebstoffen 224; in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391.

Fluorescenzindicatoren, Anwendung bei Mikrotitrationen 114.

Fluorid, Titration in Eisessig 57.

Fluorimetrische Bestimmungen, Allgemeines 114; Bestimmung von Indium 337; von Vitamin A 238.

Fluorometer, verbesserte photoelektrische Apparatur 114.

Folinreagens, Kennzeichnung von Aminosäuren in der Papierchromatographie 376.

Formamidlösung, potentiometrische Titrationen des Chloridgehaltes 457.

Freon 12, siehe Dichlordifluormethan.

Frischheitsgrad der Milch, Bestimmung 452.

Frischmilch, siehe Milch.

Fruchtsäfte, Bestimmung ätherischer Öle 299; gefärbt, SO_2-Bestimmung durch elektrometrische Titration 150.

Fructose, papierchromatographischer Nachweis durch Naphthoresorcin 319.

Fumarsäure, chromatographische Trennung 55.

Futtermittel, papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 379; Bestimmung von Tryptophan 454.

Gärhemmung, zum Nachweis der Monobromessigsäure in Milch 156.

Galactose, polarographische Bestimmung 370.

Gallium, Abscheidung an Quecksilberkathode 349; Trennung von Eisen an Quecksilberkathode 353.

Galliumbromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 172.

Galliumoxyd, Verwendung in der „*Carrier*"-Methode (Spektralanalyse) 360.

Gasanalyse, Bestimmung von Sauerstoffspuren 124; unabhängige Bestimmung der Einzelbestandteile 123.

Gasatmosphäre, Bedeutung bei spektralanalytischen Untersuchungen 361.

Getränke, Bestimmung des Süßstoffes Sucaryl 300; Kupferbestimmung durch die Dithizonmethode 299.

Gewebsstoffe, Bestimmung von Fluor 224.

Glas, Eisenbestimmung durch Colorimetrie 139.

Glaselektrode, zur p_H-Messung von Bodensuspensionen 390.

Glucose, papierchromatographischer Nachweis durch Anilinbiphthalat 319; Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288.

Glutaminsäure, papierchromatographischer Nachweis 377.

Glutathion, polarographische Bestimmung 299.

Glycerin, Bestimmung mit Hilfe von Perjodat 292; durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288; Mikrobestimmung durch Farbreaktion mit Brenzcatechin 289; Mikrobestimmung in Fetten 314.

Glycerindichlorhydrin, Verwendung zur Bestimmung von Vitamin A 238.

Glycin, papierchromatographischer Nachweis 377; Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288; volumetrische Bestimmung des Aminostickstoffs 66.

Glycylpeptide, volumetrische Bestimmung des Aminostickstoffs 66.

Gold, mikroanalytische Bestimmung in Oleosolen 128; spektrochemische Bestimmung in Serum 363; R_f-Werte in Ätherlösung 387; elektrochromatographische Trennung von Kupfer 387.

Gold(III)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 170.

Goldoleosol, mikroanalytische Metallbestimmung 128.

Gossypol, Anwendung als Reagens zum Nachweis von Sn^{IV} und Mo^{VI} 119.

Guanidin, Bestimmung durch Fällung mit Calciumpikrat 292.

Gummen, Nachweis in stärkehaltigen Salattunken 152.

Hämatoxilin, Anwendung zum Borsäurenachweis 274.

Halbstufenpotential, Abhängigkeit an Hg-Elektrode von Tropfengröße, Diffusionsstromstärke und anliegendem Potential 367; Abhängigkeit von der Ionenstärke 367.

Halogene, Bestimmung in organischen Substanzen 68, 69, 70, 71; Bestimmung neben Schwefel 286; Quecksilber 71, 287; Arsen 71, 287.

Harn, Papyrographie von 4-Oxycumarinderivaten 382; Bestimmung von p-Aminosalicylsäure 397; Bestimmung von Diäthylbarbitursäure 319; Bestimmung des Zuckers 318; siehe auch Urin.

Harnstoff, Verwendung zur Aluminiumoxinatfällung aus homogener Lösung 30.

Harnstoffderivate, Spektrophotometrie in Äthanollösungen 189.

Heißextraktionsverfahren, Bestimmung des Gasgehaltes in Leichtmetallen 308.

Hemimellithsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Heptachlor (Insecticid), 1, 4, 5, 6, 7, 8, 8-Heptachlor-3a, 4, 7, 7a-tetrahydro-4, 7-methano-inden 460; Bestimmung des Chlorgehalts 458.

Heptachlorcyclohexan, Bestimmung in Hexachlorcyclohexan 77.

Heptachlormethylcyclohexan, Chlorbestimmung 458.

Herbicide, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel.

Heterocyclische Stickstoffbasen, Titration in Eisessig 56.

Hexachlorcyclohexan, Chlorbestimmung 458.

Hexamethylentetramin, papierchromatographische Trennung von Piperazin 187.

Hexamethylolmelamin, papierchromatographischer Nachweis 359.

Hexanal, Trennung aus Aldehydmischungen durch Säulenchromatographie 289.

Hexosen, Nachweis ihrer Phosphorsäureester 319.

Histidin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Holunderbeerfarbstoff, Nachweis in Wein 151.

Homogene Lösung, siehe Fällung aus homogener Lösung.

Honig, Wasserbestimmung durch Refraktion 150.

Hydrazinodiessigsäure, Elutionsmittel zur chromatographischen Trennung 191.

Hydrochinon, Bestimmung von Spurenmengen 295.

Hydrogencarbonat, Titration in Eisessig 57.

Hydrogenphosphit, Titration in Eisessig 57.

Hydroperoxyde, Bestimmung neben Sulfoxyden 147, 148.

Hydrosulfit, Titration in Eisessig 57.

Hydroxyd, Titration in Eisessig 57.

Hydroxylamin, reduktometrische Bestimmung durch Quecksilber(I)-nitrat 118.

Hydroxylaminchlorhydrat, Anwendung zur Titration von Aldehyden und Ketonen 290.

Hypochlorit, siehe Bleichlaugen 159.

Hypophosphite, papyrographische Trennung von Phosphaten und Phosphiten 336.

Indium, Abscheidung an Quecksilberkathode 347; Bestimmung sehr kleiner Mengen durch Fluorescenzanalyse 337.

Indium-Bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 172.

Industriewässer, Analyse mittels Ionenaustauscher 430.

Infrarot, Anwendung zur analytischen Trocknung 124.

Insecticide, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel.

Insektenblut, papierchromatographische Bestimmung von Aminosäuren 378.

Invertzucker, Bestimmung in reinem und Rohzucker 149; Mikrobestimmung in Rohrzucker 149.

Ionenaustausch, Analyse von Industriewässern 430; Anwendung zum Nachweis eines polaren Jodpyridinkomplexes 106; Bestimmung von Alkaloidsalzen 190; von Sulfaten durch Austausch mittels Oxalat 444; Endpunktbestimmung bei der Chloridtitration nach Kationenaustausch in Silberform 431; Bestimmung von Lithium in Quellwässern 190; Entfernung von Lithium aus Calciumsalzen 429; Entsalzung von Aminosäurelösungen 189; Herstellung einer Normallösung 428; Phosphatbestimmung in Erz 428; Trennung von Aldehyden und Ketonen 190; Trennung des Lanthans von seltenen Erden 191; Trennung von Thorium und Lanthan unter Verwendung von Isotopen 430; Trennung und Bestimmung Li, Na, K in Silikaten 428; Schwimmer-Vorrichtung zur Vermeidung des Leerlaufens 189.

Ionenaustauscher, Aluminiumoxyd (n. Brockmann) 190; Silicagel 54. Siehe auch Anionen- bzw. Kationen-Austauscher.

IPC, selektives Unkrautbekämpfungsmittel 77; Bestimmung in Zubereitungen für die Unkrautbekämpfung 78.

Iridium, Nachweis 211.

Isoeugenol, Bestimmung neben Eugenol 317.

Isoleucin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Isonitrosodibenzoylmethan, Reagens zum mikrochemischen Nachweis von Eisen(II) 140.

Isonitrosomalonylguanidin, Verwendung zur Colorimetrierung von Kobalt 222.

Isophthalsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Isopropyl-N-phenylcarbamat, siehe IPC.

Isotope, radioaktiv, Verwendung zur Th-, La-Trennung mittels Ionenaustausches 430.

Isotopische Elementaranalyse, siehe Elementaranalyse 284.

Jod, Bestimmung in organischen Substanzen 70; stannometrische Bestimmung 435.

Jodat, Titration in Eisessig 57.

Jod-Azid, Verwendung zum Nachweis von schwefelhaltigen Verbindungen 120.

Jodid, Bestimmung von Alkalijodiden 206; Permanganattitration in acetonhaltiger Lösung 205; photometrische Mikrobestimmung 205; potentiometrische Titration 205; Titration in Eisessig 57.

2-(p-Jodphenyl)-3-(p-Nitrophenyl)-5-phenyltetrazoliumchlorid, siehe Tetrazoliumverbindungen.

Jodpyridin, Nachweis eines polaren Komplexes mittels Ionenaustausches 106.

Jodsäure, Farbreaktion auf Adrenalin 102.

Jodstärke, colorimetrischer Nachweis von Zink 131.

Jonophorese, siehe Papierelektrochromatographie 387.

Kakothelin, Reagens zum Nachweis von Mercaptoverbindungen 261.

Kalignost, siehe Tetraphenylbornatrium.

Kalium, Bestimmung durch Ionenaustausch 429; cerimetrische Bestimmung 126; spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 52, 53; Bestimmung mit Tetraphenylbornatrium in mineralsaurer Lösung 9; acidimetrische Mikrobestimmung nach Fällung als Kaliumtetraphenylborat 161; Maßanalyse nach Fällung als Kaliumtetraphenylborat 241; Bestimmung neben NH_4 mit Tetraphenylbornatrium 13; durch Fällung als Kaliumsilberkobaltnitrit 436; in biologischem Material 317, 318; colorimetrische Bestimmung in Blut 79; Verwendung zum Aufschluß organischer Verbindungen zwecks Elementaranalyse 285.

Kaliumeisen(III)-cyanid, Verwendung zur volumetrischen Bestimmung von Zink bei Anwesenheit von oxydierbaren Substanzen 131.

Kaliumhexacyanoferrat(II), Fällung von Phosphorsäuren 82; Bestimmung 273.

Kaliumhexacyanokobaltat(III), Herstellung 85; Fällung von Phosphorsäuren 82.

Kaliumpentasulfid, titrimetrische Analyse 248.

Kaliumsalz, Titration in Eisessig 57.

Kaliumtetrajodbismutat, Reagens auf Caesium 121.

Kaliumtetraphenylborat, Fällung zwecks maßanalytischer Bestimmung 241; siehe auch Tetraphenylborkalium.

Kalk, siehe Calciumoxyd.

Kalkstein, Bestimmung von Phosphor 306.

Kampfstoffe, siehe Lewisit sowie Äthyldichlorarsin.

Kapillaranalyse, Anwendung in der Arzneimitteluntersuchung 227.

Kapillärsirup, SO_2-Bestimmung 300.

Karl Fischer-Reagens, Wasserbestimmung 216.

Kartoffeln, Bestimmung des Feuchtigkeitgehaltes 454.

Kationen, mikroskopischer Nachweis durch Trioxalatkomplexe 118.

Kationenaustauscher, Amberlite IR 100 430; Dowex 50, 189; Permutit 5, 107; Zeocarb 431; Verwendung bei Chloridtitrationen 431; siehe auch Ionenaustausch.

Ketohexosen, colorimetrische Bestimmung 148.

Ketone, Bestimmung durch Oximierung 290; Trennung von Aldehyden durch Ionenaustausch 190.

17-Ketosteroide, Trennung von chromogenen Verunreinigungen 320.

Ketschup, Tragantbestimmung in diesem und anderen Tomatenerzeugnissen 301.

Kleines Lehrbuch der Physik ohne Anwendung höherer Mathematik (Westphal) 426 [L].

Kobalt, Abscheidung an Quecksilberkathode 348; Tüpfelreaktion zum Nachweis 206; colorimetrische Bestimmung 208; in Kupferschlacke 209; in Stahl 222; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 51, 52; spektrophotometrische Bestimmung 207; Bestimmung als Quecksilber(II)-rhodanid-Komplex 207; in Mineralgemischen 208; in Mischfutter 209.

Kobaltcarbonylanion, Analyse in Mischungen 210.

Kobaltsalz, Titration in Eisessig 57.

Kohl, papierchromatographischer Nachweis der Ascorbinsäure 383.

Kohlen, Bestimmung von Sauerstoff 74, 75; von Schwefel 313.

Kohlendioxyd, gasanalytische Bestimmung 123.

Kohlenhydrate, Bestimmung mit Anthron in Äthylacetatlösung 143; Bestimmung in Weizenblättern 160.

Kohlenoxyd, Bestimmung im Blut 396; gasanalytische Bestimmung 124.

Kohlenstoff, Mikronachweis in freier und gebundener Form 278; Mikroelementaranalyse 60; Bestimmung neben Wasserstoff durch Elementaranalyse 278.

Kohlenwasserstoffe, gasanalytische Bestimmung 123.

Kohlenwasserstoffgase, Bestimmung des Gehalts an Thiolen 390.

Koks, Bestimmung von Schwefel 313.

Komplexon(III), Titration von Zink und Cadmium 332; Hilfsmittel bei der Nitratbestimmung in Wasser 214; Bestimmung von Natrium bzw. Kaliumeisen(II)-cyanid 273; von Blei 272; von Phosphat-Ion 272.

Krackkatalysator, spektrochemische Bestimmung von Mg, Zr 48.

Kreatin, Bestimmung in Blut und Plasma 320.

Kreatinin, Bestimmung in Blut und Plasma 320; in Fleischextrakt und Brühwürfeln 157; in Suppenwürze 157.

Kresol, Bestimmung neben Phenol und Xylol 295; Konduktometrie von o- und p- neben m-Kresol 295.

Kristallpulver, quantitative Analyse mittels Röntgenstrahlen 116.

Kupfer, Abscheidung an der Quecksilberkathode 347; Mikronachweis 126; Nachweis durch Komplexverbindung mit Thioharnstoff 433; potentiometrische Bestimmung 123; Extraktion des Oxinats 275; spektralanalytische Bestimmung in Aluminium 363; Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 51, 52; Bestimmung in Silberlot durch Elektrolyse 192; Mikrobestimmung eines Eisengehalts

216; Bestimmung in Zuckersirup und Getränken 299; Trennung von Silber durch Elektrolyse 192, 437; Trennung von Pt, Pd, Te, Bi und Cd 211.

Kupfer(II)-ammoniumchlorid, Reagens auf Mercaptoverbindung 262.

Kupfer(II)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 170.

Kupferchlorid, Katalysator zur Nitratbestimmung 134.

Kupfer(I)-jodid, Reagens auf Quecksilber(II) 193.

Kupfergruppe, papierchromatographische Trennung innerhalb der Gruppe und von Fe, Ni, Co 387.

Kupferlegierungen, Bestimmung von Fe, Ni und Mn 311.

Kupferschlacke, colorimetrische Kobaltbestimmung 209.

Kurzes Lehrbuch der anorganischen und allgemeinen Chemie (Jander und Spandau) 426 [L].

Lab, Milchgerinnung 156.

Lactobacillus arabinosus, zur Bestimmung von Nicotinsäure 398.

Lactoflavin, mikrobiologische Bestimmung 398.

Lactuca virosa, colorimetrische Bitterstoffbestimmung 237.

Lactucin, colorimetrische Reihenmessung neben Lactucopikrin 237.

Lactucopikrin, colorimetrische Reihenmessung neben Lactucin 237.

Lanthan, chromatographische Trennung von seltenen Erden 191; Trennung von Thorium mittels Ionenaustausches 430.

Lebensmittel, organoleptische Prüfung 446; polarographische Zinkbestimmung 446.

Leberöl, Bestimmung von Vitamin A 238.

Legierungen, Spektralanalyse von Aluminiumlegierungen 363; Bestimmung von Silber in Pb-Ag-Legierungen 362; von Al in Ferrosilicium und Silicoaluminium 312; von Fe, Ni, Mn in Cu-Legierungen 311; von Bor 217; von Kobalt 207; von Schwefel 313; siehe auch bei den verschiedenen Metallen.

Lehrbuch der Textilchemie einschließlich textilchemischer Technologie (Rath) 388 [L].

Leichenteile, Bestimmung von Strychninspuren 298.

Leichtmetalle, Bestimmung des Gasgehaltes 308; siehe auch entsprechende Metalle.

Leinsamen, fermentative Bestimmung des Linamarins 316.

Leuchtöle, Bestimmung des Schwefelgehaltes 391.

Leucin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Lewisit, Nachweis durch Farbreaktionen 394.

Linamarin, Bestimmung in Leinsamen 316.

Lindan (Hexachlorcyclohexan), Bestimmung von Chlor 458, 459.

Lithium, spektralanalytische Bestimmung von fremden Spurenelementen 52; Bestimmung durch Ionenaustausch 429; Trennung aus Calciumsalzen durch Kationenaustausch 429; Bestimmung in Quellwässern durch Ionenaustausch 190.

Lobelin, polarographische Bestimmung 371.

Lösungsmittel, Extraktion von Bleijodid 275.

Luft, Nachweis von Dichloräthan 142; Nachweis und Bestimmung von Dichlordifluormethan 303; Bestimmung von Chrom 443; von Äthylen 301; von α-Chloracrylsäuremethylester 304; von Dimethylanilin 305; von Phthalsäureanhydrid 305; colorimetrische Bestimmung von Styrol 305.

„Lyphan"-Papier, Verwendung zur p_H-Einstellung 92.

Lysergsäure, R_f-Wert 386.

Lysin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Magermilch, Citronensäuregehalt nach UV-Bestrahlung 184.

Magnesium, Nachweis mittels 3-Phenyl-1-p-nitrophenyl-3-oxytriazen 128; Nachweis und Bestimmung 121; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 53; in Aluminium 363; in Krackkatalysatoren 48; Bestimmung in Nickel 313; im Blut 79; in biologischem Material 317; Komplexontitration neben Calcium in biologischem Material 271.

Magnesiumlegierungen, spektralanalytische Bestimmung von Al, Zn, Si 48.

Magnesiumperchlorat, Verwendung als Trockenmittel 125.

Magnesiumsalze, Titration in Eisessig 57.

Maleinsäure, Titration neben Maleinsäureanhydrid 291.

Mangan, elektrolytische Bestimmung an Quecksilberkathode aus saurer Lösung 206; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 51, 52; in Aluminium 363; Bestimmung in Kupferlegierungen 311; neben Chrom in Stahl 221.

Manganoxyd, Bestimmung als oxydischer Einschluß in Stahl 223.

Mangansalze, Titration in Eisessig 57.

Mannit, Verwendung zur Titration von Bor 20.

Mannitborsäure zur Bestimmung von Bor 18.

Massenspektrometrie 269; Bestimmung von Deuterium in organischen Verbindungen 270; Bestimmung von schwerem Wasser 270; Butenbestimmung in 2-Methylpropan 269; Methanbestimmung in Deuteromethan 269.

Meerwasser, spektralanalytische Sr-Bestimmung in Verbindung mit radiochemischer Analyse 366.

Mehl, Aciditätsbestimmung 451.

Melasse, Eisenbestimmung 316.

Mellithsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Mercaptobutansulfonsäure, Nachweisreaktionen 259; siehe auch Mercaptoverbindungen.

2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol, Hilfsmittel zur Rhodiumbestimmung 210.

Mercaptoverbindungen, Nachweisreaktionen 259; Kakothelinreaktion 261; Nitrosylreaktion 261; Reaktion nach Feigl 261.

Metallbromide, Verteilungsanalyse zwischen HBr-Lösungen und Diäthyläther 167.

Metalle, Sauerstoffbestimmung 308, 309, 310.

Methadon, Eigenschaften und Nachweis 234.

Methan, massenspektrometrische Bestimmung in Deuteromethan 269.

Methionin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Methoden und Anwendung der Massenspektroskopie (Ewald und Hinterberger) 427 [L].

Methoxychlor, Bestimmung des Chlorgehalts 458; Bestimmung in Fett 76; in Milch 76.

N-Methpyridon-Derivate, papyrographische Trennung von Nicotinderivaten 384.

Methylamine, technisch, Bestimmung des Dimethylamingehaltes 456.

Methylaminhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Methylcellulose, Colorimetrierung mittels Anthron 393.

2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure, Bestimmung neben Homologen 462.

2-Methyl-6-chlorphenoxyessigsäure, Bestimmung des Gehaltes an 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure 462.

2-Methyl-4,6-Dichlorphenoxyessigsäure, Bestimmung des Gehaltes an 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure 462.

4-Methyl-1,2-Dimercaptobenzol, siehe Dithiol.

Methylglyoxal, Bestimmung durch Fällung mit m-Nitrobenzhydrazid 293.

Methylgruppen, Bestimmung durch Oxydation 289.

Methylisobutylketon, Verwendung bei Wismutnachweis 199.

Methylisopropylketon, Lösungsmittel für Bleijodid zur Isolierung 275.

2-Methyl-1,4-Naphthochinon, 4-Bisulfitverbindung, siehe Vitamin K.

N-methylnicotinamid, papyrographische Abtrennung 385.

Methylol, papierchromatographischer Nachweis von Derivaten 357.

2-Methylpropan, massenspektrometrische Bestimmung des Butengehalts 269.

N-methyl-2-pyridon-3-carbonsäure, papyrographische Abtrennung 385.

N-methyl-2-pyridon-5-carbonsäureamid, papyrographische Abtrennung 385.

Mikroanalyse, Bestimmung hygroskopischer Flüssigkeiten 123; Verwendbarkeit von Probierwaagen 124; Kritik der Genauigkeit ihrer Methoden 117.

Mikromanipulator, Apparat zur Bestimmung von Gammamengen 435.

Mikroskopie, Chromnachweis 137.

Mikroskopischer Nachweis, Analyse von Kationen durch Thioharnstoffkomplexverbindungen 432.

Milch, Nachweis von Monobromessigsäure 156; von Neutralisationsmitteln und Milchsäure 154; von Wässerung 153; Bestimmung des Citronensäuregehaltes 179; von Fett 153; des Frischheitsgrades 452; Beziehung zwischen Milchsäuregehalt und p_H-Wert 155; Einfluß der UV-Bestrahlung auf Citronensäuregehalt 179; Richtlinien zur Untersuchung 153; Schätzung des Chloridgehaltes 452; Zeitbestimmung der Gerinnung durch Lab 156.

Milchsäure, Bestimmung in Frisch- und Trockenmilch 154; durch das Veratrolverfahren 154; chromatographische Trennung 55; siehe auch Milch.

Milchzucker, Bestimmung 153.

Mischfutter, Bestimmung des Kobaltgehaltes 208.

Mischindicator, Mischung von Bromkresolgrün mit Methylrot 136.

Mixturen, siehe Arzneimittel.

Molybdän, Abscheidung an Quecksilberkathode 349; Nachweis mittels Gossypol 119; colorimetrischer Nachweis durch Tiron 201; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 51, 52; Bestimmung eines Borgehalts 217; in Titan 311.

Molybdän(VI)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 175.

Molybdat, colorimetrische Phosphorsäurebestimmung durch Fällung zusammen mit Vanadat 266; Reaktion auf Mercaptoverbindungen 261; Titration in Eisessig 57.

Monoglyceride, Bestimmung neben Glycerin 292.

Monomethylamin, technische Bestimmung 457.

2-Morpholin-4,4-diphenyl-heptanon-5-chlorhydrat, Nachweis 235.

Most, Bestimmung von Äpfelsäure 447.

Murexid, Reagens auf Coffein 235.

Mutterkornalkaloide, papyrographische Trennung 385.

Nachweis von Gift und Unkraut in Getreide und Mehl (Tornow) 446 [L].

Nahrungsmittel, Nachweis von Benzoesäure 446; siehe auch Lebensmittel.

Naphthidin, Verwendung als Indicator bei der Zinkbestimmung 132.

α-Naphthol, Farbreaktion 295.

β-Naphthol, Farbreaktion 295.

Naphthoresorcin, Reagens auf Fructose 319.

N-(1-naphthyl)-äthylendiaminhydrochlorid, Kupplungsreagens zur Nitritbestimmung 133.

2-Naphthylamin, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

α-Naphthylthioharnstoff, colorimetrische Bestimmung 78.

α-Naphthylurethan, Anwendung zur Identifizierung von Alkoholen 288.

Natrium, spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 53; Bestimmung eines Oxydgehaltes 158; durch Ionenaustausch 429; in biologischem Material 317.

Natriumazid-Jodlösung, Reagens für Mercaptoverbindungen 261.

Natriumcarboxymethylcellulose, Bestimmung in Waschmitteln mittels Anthron 393.

Natriumcyclohexylsulfamat, siehe Sucaryl 300.

Natriumdisulfid, titrimetrische Analyse 247.

Natriumferrocyanid, siehe Blutlaugensalz.

Natriumfluorid, Fällung von Aluminium 22.

Natriumhexametaphosphat, siehe Phosphorsäure.

Natriummethylat, Verwendung bei der Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Natriummolybdat, Fällungsmittel neben Oxin zur Phosphosbestimmung 44.

Natriumnitrit, Farbreaktion auf Adrenalin 105; Nachweis von Arsen 224.

Natriumnitroprussiat, siehe Nitroprussidnatrium.

Natriumoleat, Gehaltsbestimmung verdünnter, wäßriger Lösungen 315.

Natriumoxyd, Bestimmung in Natriummetall 158.

Natriumphosphat, tertiär, Verwendung zum mikroskopischen Cr-Nachweis 137.

Natriumrhodizonat, Reagens auf Barium 121.

Natriumtetraphenylborat, Fällungsmittel zur Bestimmung von Kalium 241; siehe auch Tetraphenylbornatrium.

Natronlauge, Herstellung von Normallösung mittels basischen Ionenaustauschern 428.

Naturgas, siehe Kohlenwasserstoffgas.

Nebennierenrindenhormone, papierchromatographischer Nachweis und Bestimmung 381.

Nesslerisieren, Anwendung zur Stickstoffbestimmung in organischen Substanzen 64.

Neutralisationsmittel, Nachweis und Bestimmung in Milch 154.

Nickel, Abscheidung an der Quecksilberkathode 348; Spurenbestimmung 140; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 51, 52; Spektralanalyse in Aluminium 363; Spektrophotometrierung mittels Kaliumdithiooxalat 222; Bestimmung in Kupferlegierungen 311; des Magnesiumgehalts 313.

Nicotinamid, papyrographische Abtrennung 385.

Nicotinderivate, papierchromatographische Trennung von N-methylpyridonderivaten 384.

Nicotinsäure, Mikronachweis neben Nicotylamid 240; Bestimmung durch Farbreaktion 398; mikrobiologische Bestimmung 398; papyrographische Abtrennung 385.

Nicotinsäureamid, Bestimmung neben Nicotinsäure 398.

Nicotylamid, Mikronachweis neben Nicotinsäure 240.

Niob, spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 52; Mikrobestimmung mittels Rhodanid 200; Bestimmung im Stahl 200.

Nitramine, Spektrophotometrie in Äthanollösung 188.

Nitrat, Bestimmung mit Hilfe von Katalysatoren 133, 134; kleiner Mengen 133; Anwendung reduktometrischer Bestimmungsmethode mit Hilfe von Quecksilber(I)-nitrat 118; katalytische Reduktion zu Ammoniak 134; Titration in Eisessig 57; Bestimmung in Wasser 214; in Bodenauszügen 214.

Nitratlösungen, Bestimmung des Chlorgehaltes 444.

Nitrilotriessigsäure, Elutionsmittel zur chromatographischen Lanthanbestimmung 191.

Nitrit, Titration in Eisessig 57.

Nitroalkylbenzole, Spektrophotometrie in Äthanollösung 188.

m-Nitrobenzhydrazid, Fällungsreagens für Methylglyoxal 293.

Nitrobenzol, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

o-Nitrobenzolsulfochlorid, Reagens zum Farbnachweis von Pyridin 296.

8-Nitrochinolin, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

6-Nitrochinolinperchlorat, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

5-(oder 8-)-Nitroisochinolin, Reagens zum Kampfstoffnachweis 394.

Nitronpikrat, Herstellung zwecks Einstellung von Calciumlösung 293.

Nitrophenole, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Nitroprussidnatrium, Verwendung zum Nachweis von Mercaptoverbindungen 260.

Norleucin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Norvalin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Öle, Vitamin A-Bestimmung 238.

Orcin, Farbreaktion auf Aldehyde 144.

Organische Basen, Bestimmung durch Titration in Eisessig 55.

Organische Säuren, papierchromatographischer Nachweis 375; Bestimmung neben ihren Anhydriden durch Titration 291.

Organische Substanzen, halbautomatische Bestimmung von Stickstoff 63; Mikrobestimmung von N nach Dumas 61; Stickstoffbestimmung durch Nesslerisieren 64; gleichzeitige Bestimmung von Schwefel und Stickstoff 67, 71; Bestimmung der Halogene 52, 68, 69, 70, 71; Bestimmung von Schwefel 68; Bestimmung von Selen 72; Bestimmung von Quecksilber 70; papyrographische Trennung von Alkaloiden und anderen Basen 385.

Organische Verbindungen, Nachweis von Schwefel durch die Jod-Azidreaktion 120; der Azoxygruppen 296; Mikrobestimmung von Chlor und Brom 285; isotopische Sauerstoffbestimmung 284; Stickstoffbestimmung mittels Überführung in Magnesiumnitrid 284; Mikrostickstoffbestimmung über Natriumhypobromit durch Jodometrie 283; nach ALFORD 281; Bestimmung des Arsengehaltes 287; oxydimetrische Bestimmung mit Hilfe von Brom und Farbstoffen 288; Aufschluß mit metallischem Kalium 285; Identifizierung durch Derivate 287.

Organoleptische Prüfung, Beurteilung von Lebensmitteln 446.

Ornithin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Orthophosphat, polarometrische Bestimmung neben Trimetaphosphat 403.

Orthotolyanthranilsäure, Verwendung als Redoxindicator 117.

Oxalsäure, Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288; Bestimmung kleiner Mengen neben Citronensäure 143; aktive, siehe Oxalat-Ion.

Oxalat-Ion, Luftbeständigkeit verschiedener Oxalat-Radikale 257.

Oxime, colometrische Bestimmung 145.

Oxin, siehe Oxychinolin.

Oxyadsorptionsindicator, Anwendung von o-Dianisidin und o-Tolidin 127.

p-Oxybenzaldehyd, Farbreaktion mit Orcin 145.

8-Oxychinolin (Oxin), Fällungsmittel zur Bestimmung des Aluminiums 32, 196; Anwendung zur Indiumbestimmung 337.

4-Oxycumarinderivate, Papyrographie in Harn und Blut 382.

Oxydanzien, potentiometrische Bestimmung 122.

Oxyde, Bestimmung als Einschlüsse in Stahl 223.

Oxydimetrie, Bestimmung organischer Verbindungen mit Hilfe von Cer(IV)-sulfat und Farbstoffen 288; mittels Hypochlorit und Farbstoffen 288; mit Permanganat und Farbstoffen 288.

α-Oxyisobuttersäure-amidoxim, Reagens zum Nachweis von Quecksilber(I) 193.

N-Oxymethylacetamid, papierchromatographischer Nachweis 359.

o-Oxymethylphenol, papierchromatographischer Nachweis 359.

2-(o-Oxyphenyl)benzoxazol, Reagens zur Bestimmung von Cadmium 438.

Oxyprolin, papierchromatographischer Nachweis 377.

o-[α-(2-Oxy-5-sulfphenylazo-)-benzilidenhydrazino]-benzoesäure, colorimetrisches Zn-Reagens 131.

Palladium, Nachweis und Bestimmung 211; acidimetrische Bestimmung 213; Mikrobestimmung 212; Bestimmung mittels 1,10-Phenanthrolin 212; Trennung von Platin 212; von Pt, Te, Cu, Bi und Cd 211.

Palmitinsäure, Bestimmung durch Oxydimetrie mit Hilfe von Farbstoffen 288.

Papierchromatographie, Nachweis von Quecksilber(II) 194; Bestimmung von Metall-Ionen in Ätherlösung 386; elektrochromatographische Trennung von Metallen 387; von Ag^+, Ca^{++}, CrO_4^{--} PO_4^{3-} 388; Trennung der Elemente der Kupfergruppe und von der Eisengruppe 387; Trennung von Phosphaten, Phosphiten und Hypophosphiten 386; Nachweis von Ascorbinsäure 383; von Hexosen in biologischem Material 319; Ringpapierchromatographie von Proteinen 379, 380; des Rutins in Tabakauszügen 423; von organischen Säuren 375; Kennzeichnung von Aminosäuren in Eiweißhydrolysaten 377; von Aminosäuren durch FOLIN-Reagens 377; Bestimmung von Aminosäuregemischen 377; von Aminosäuren in Insektenblut 378; in Futtermitteln 379; von Corticosteroiden 381; von „Poly"-Ölen 375; Analyse von 4-Oxycumarinderivaten 382; selektive Bestimmung von Vitamin B_{12} 384; Trennung von Acridinderivaten 381; von Alkaloiden und organischen Basen 385; von aliphatischen Aminen 376; der Dinitrophenylderivate von Aminosäuren 378; von Arginin und Lysin 378; von Arginin, Lysin, Cystin, Histidin, Glycin und Serin 377; von Arginin-Lysin-Cystin, Histidin, Asparaginsäure, Glycin-Serin und Glutaminsäure 377; von

Cystin, Asparaginsäure, Glycin-Serin-Histidin-Tryptophan und Glutaminsäure 377; von Glycin, Alanin, Serin, Threonin, Valin, Prolin, Isoleucin, Arginin, Histidin und Lysin 378; von Oxyprolin, Threonin, Alanin, Prolin, Tyrosin, Tryptophan, Valinmethionin, Phenylalanin, Isoleucin, Leucin 377; von Mutterkornalkaloiden 385; von Nicotin und N-methylpyridonderivaten 384; Nachweis, Bestimmung und Trennung der Nebennierenrindenhormone 381; Trennung von Proteinen 379; von Teerfarbstoffen in Nahrungsmitteln 380; Anwendung in der Arzneimitteluntersuchung 227; Verwendung eines Capillarcolorimeters 115; Diffusionsvorgänge 373; Gerät zur Messung radioaktiver Substanzen 374; Messung an radioaktivem Penicillin 374; Hilfsgerät zum Sichtbarmachen UV-absorbierender Substanzen 374.

Papyrographie, siehe Papierchromatographie.

Paraffin, Bestimmung des Ölgehaltes 314.

Parathion, vergleichende Prüfung und Bestimmungsverfahren 464.

PAS, Nachweis 229; Bestimmung 229, 230; Reinheitsprüfung und Qualitätsbestimmung 229; siehe auch p-Aminosalicylsäure.

Pasteurisierte Milch, siehe Milch.

Pektin, Bestimmung durch Bildung von Uronsäuren 151; Gehaltsbestimmung in Citrusfrüchten 152.

Pektinsäure, Bestimmung 151.

Penicillin, radioaktiviert, papierchromatographische Bestimmung 374.

Pentachlorcyclohexan, Chlorbestimmung 458.

Periodica Chimica. Verzeichnis d. i. Chem. Zentralbl. refer. Zeitschr. mit genormten Titelabkürzungen (Pflücke und Hawelek) 45 [L].

Permanganat, jodometrische Bestimmung 440; potentiometrische Bestimmung bei Cu-Anwesenheit 123.

Permutit RS, Kationenaustauscher 107.

Peroxyd, Titration in Eisessig 57.

Peroxyde, jodometrische Bestimmung in Fetten ohne Sauerstoff-Fehler 450; organische, Bestimmung durch Reduktion mit Zinn(II)-chlorid 146.

Petroleum, spektrochemische Metallbestimmung 365.

Petroleumprodukte, Verbrennung in der Sauerstoffbombe 391.

Pflanzenasche, Magnesiumnachweis 129; Bestimmung des Phosphatgehaltes 307.

Pflanzenextrakte, Genauigkeit der Zukkerbestimmung 454.

Pflanzenteile, Bestimmung von Carotin in Spinat 455.

Pflanzliches Material, siehe Kartoffeln, Erbsen, Trockengemüse.

Pharmazeutische Präparate, siehe Arzneimittel.

Phenanthrenpikrat, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

1,10-Phenanthrolin, Fällungsmittel für Palladium 212.

Phenaxodon, siehe 2-Morpholin-4,4-diphenyl-heptanon-5-chlorhydrat 235.

Phenergan N.D., colorimetrische Bestimmung 234.

Phenol, Nachweis in Kokereiabwasser 215; Farbreaktion 295; Konduktometrie neben Kresolen 295; Bestimmung neben Kresol und Xylol 295.

Phenole, Nachweis durch Tüpfelung mittels Tetramethyldiaminobenzophenon 295.

Phenoldisulfonsäure, Hilfsmittel colorimetrischer Nitratbestimmung in Wasser 214.

Phenylalanin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Phenylborsäure, Fällungsreagens auf Quecksilber 194.

m-Phenylendiaminhydrochlorid, Titration in nichtwäßriger Lösung 58.

Phenylhydrazin, Bestimmung als Verunreinigung in Antipyrin 232.

Phenylhydrazon, Bestimmung in Antipyrin 232.

1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon, Bestimmung als Verunreinigung in Antipyrin 232.

3-Phenyl-1-p-nitrophenyl-3-oxytriazen, Reagens zum Nachweis von Magnesium 128.

Phloroglucin, Farbreaktion 295.

Phosphat, Bestimmung von Trimetaphosphat neben anderen 401; Trennung mit Bariumperchlorat 401; papierchromatographische Trennung von Phosphiten und Hypophosphiten

386; Bestimmung in Erzen durch Ionenaustausch 428; primär, sekundär, tertiär, Titration in Eisessig 57; siehe auch Phosphorsäure.

Phosphatglas, Bestimmung siehe Phosphorsäure.

Phosphat-Ion, elektrochromatographische Abtrennung 388.

Phosphite, papierchromatographische Trennung von Phosphaten und Hypophosphiten 386.

Phosphor, spektralanalytische Spurenbestimmung 53; roter, maßanalytische Bestimmung nach Oxydation mittels Bromat und Cer(IV)sulfat) 135; Bestimmung als Chinolinphosphormolybdat 41; Bestimmung in Kalkstein, Ätzkalk, Calciumhydroxyd, Calciumcarbid und Acetylen 306; in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391; siehe auch Phosphat sowie Phosphorsäure.

Phosphorsäure, Abscheidung im Analysengang durch Titanhydroxyd 122; colorimetrische Bestimmung mit Vanadat-Molybdat 266; polarimetrische Bestimmung 401; spektrophotometrische Bestimmung in Wein 447; titrimetrische Bestimmung mit Bismutylperchlorat 135; Bestimmung in Orthophosphatlösungen 81; verschiedener Phosphate im Phosphatglas 91; über Mg-NH_4-Phosphat durch Komplexontitration 272; in Pflanzenaschen 307; Untersuchung von primären Phosphaten 81; siehe auch Phosphate.

Phosphorwasserstoff, Nachweis neben Ammoniak 434; als Gas 433.

o-Phthalsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Phthalsäure, Titration neben Phthalsäureanhydrid 291.

Phthalsäureanhydrid, Bestimmung in Alkydharzen und Phthalsäureestern 226; in Luft 305.

Phthalsäureester, Bestimmung von Phthalsäureanhydrid 226.

pH-Wert, Berechnung nach Brönsted 117.

α-Picolin, Farbreaktion 297.

β-Picolin, Farbreaktion 297.

Pikrinsäure, polarographische Bestimmung 370.

Piperazin, Bestimmung als Dichromat 186; papierchromatographische Trennung vom Hexamethylentetramin 187.

Piperidin, Nachweis und Bestimmung in Pyridin 297.

Piperonylbutoxyd, Abtrennung in Schädlingsbekämpfungsmitteln 459.

Plasma, amperometrische Bestimmung von Chlorid 395; Bestimmung von Ca, Mg 271; Bestimmung von Kreatin, Kreatinin und chromogener Substanz 320; siehe auch biologisches Material.

Platin, Bezugselement bei der Spektralanalyse 49; Trennung von Palladium 212; von Pd, Te, Cu, Bi und Cd 211.

Platinmetalle, papierelektrochromatographische Abtrennung von Kupfer 387; Nachweis von Platin und Palladium 211; Bestimmung von Palladium 212, 213; Bestimmung von Platin 211; Trennung von Palladium und Platin 211, 212; Bestimmung von Rhodium 210.

Polamidon, siehe Methadon.

Polarograph, Verbesserung des McAleavy-Gerätes 368.

Polarographie, Bestimmung von Fluorid 369; von Lobelin 371; von Pikrinsäure 370; von Scopolamin 370; von Sulfhydrylverbindungen (Glutathion) in Früchten 299; von 2,3,5,6-Tetrachlornitrobenzol (TCNB) 370; von Tryptophan 371; von wasserlöslichem Vitamin K 372; Reduktion der Chinaldinsäure an der Hg-Tropfelektrode 297; Verwendung von Pt-Elektroden bei Dextrose- und Galactose-Bestimmung 370; Abhängigkeit des Halbstufenpotentials an Quecksilberelektroden 367; von der Ionenstärke 367; MacAleavy-Polarograph 368.

Poly-Öle, Papyrographie 375.

Polytetrafluoräthylen (Teflon), Gerätschaften zur Siliciumbestimmung bei Fluoranwesenheit 440.

Polyvinylchlorid und Vinylchlorid-Mischpolymerisate (Kainer) 389 [L].

„Porous Electrode Technique", Anwendung in der Spektralanalyse 51.

Porzellangerät, Untersuchung der Brauchbarkeit in der Mikroanalyse 125.

Potentiometrie, Bestimmung von Oxydationsmitteln bei Cu-Anwesenheit 122; Jodidbestimmung mit Silberlösung 205; neue Elektrodenanordnung zur Bromidtitration 204; Titration von Chinaldinsäure 297.

Preßkuchen, Vitamin A-Bestimmung 238.

Probierwaage, Anwendbarkeit in der Mikroanalyse 124.

Proflavin, papierchromatographische Abtrennung 381.

Prolin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Propionaldehyd, Trennung aus Aldehydmischungen durch Säulenchromatographie 289.

Proteine, papierchromatographischer Nachweis 380.

Pyridin, Nachweis mittels o-Nitrobenzolsulfochlorid 296; Spurennachweis und Bestimmung von Piperidin 297; Titration in nichtwäßriger Lösung 59; Verwendung zur Barbiturpyridinmethode der Chlorbestimmung in Wasser 408.

Pyridinperchlorat, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

Pyridinpikrat, Titration in nichtwäßriger Lösung 59.

Pyrogallol, Farbreaktion 295.

Pyromellithsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Pyrophosphat, polarometrische Bestimmung neben Trimetaphosphat 403; siehe auch Phosphorsäure 91.

Quarzröhrenverbrennungsapparat, Verbesserung zur Bestimmung von Schwefel und Halogenen 286.

Quaternäre Ammoniumsalze, Titration in Eisessig 56.

Quecksilber, Nachweis durch Selenreagenspapier 193; durch Thioharnstoffkomplexverbindung 432; jodometrische Bestimmung 273; Bestimmung mit Phenylborsäure 194; in organischen Substanzen neben Jod 70; in stickstoffhaltigen organischen Substanzen neben Halogen und Schwefel 71; Reinigung von Amalgamen 343.

Quecksilberacetat, Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Quecksilberdampflampe, Filterkombination zur Linienisolierung bei ihrem Gebrauch 116.

Quecksilberkathoden, Abscheidung von Elementen 339.

Quecksilber(I), Nachweis durch das Amidoxim der α-Oxyisobuttersäure 193.

Quecksilber(II), Nachweis mit Kupfer-(I)-jodid 193.

Quecksilber(II)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 170.

Quecksilber(II)-chlorid, Farbreaktion auf Adrenalin 101.

Quecksilber(II)-rhodannatrium, Fällungsreagens für Kobalt 207.

Quellwasser, siehe Wasser.

Quercetin, Nachweis und Bestimmung neben Rutin 236.

Raffinerieprodukte, Bestimmung des Toluolgehalts mittels Kontrollapparat 392.

Rahm, Citronensäuregehalt nach UV-Bestrahlung 184.

Reagenzien, „BiJ 1,5", Reagens auf Nicotylamid 240; Gossypol, Nachweis von Zinn und Molybdän 119; Jodazid zum Nachweis von Schwefel in organischen Verbindungen 120; Kupfer-(I)-jodid, Reagens auf Quecksilber(II) 193; Murexid, als Coffeinreagens 235; Natriumtetraphenylborat zur Bestimmung von Kalium- und Ammonium 9, 126, 161, 241; o-Nitrobenzolsulfochlorid, Farbnachweis von Pyridin 296; α-Oxyisobuttersäureamidoxim, Nachweis von Quecksilber(I) 193; 2-(o-Oxyphenyl)-benzoxazol zur Cadmiumbestimmung 438; Phenylborsäure zur Hg-Bestimmung 194; Tripaflavinchlorhydrat, Reagens auf zweiwertiges Palladium 211.

Rechengerät, für spektrochemische Analyse 362.

Redoxindicator, Brauchbarkeit von o-Tolylanthranilsäure 117.

Redox-System, Anwendung des „Deadstop"-Verfahrens zur Endpunktbestimmung 117.

Refraktometrie, Wasserbestimmung in Honig 150.

Reis, Bestimmung von Thiamin 452.

Resorcin, Farbreaktion 295; Hilfsmittel zur colorimetrischen Phthalsäureanhydridbestimmung 305.

R_f-Wert, Abhängigkeit von der Entwicklungsart und Weglänge 327; von der Entwicklungsphase 324; von der Papiersorte 324 und Faserrichtung 327; von der Stoffkonzentration und Begleitstoffen 329; Kenntnis und Kritik der Werte in der Papierchromatographie 321; Messung und Genauigkeit 321.

Rhodanid, photometrische Bestimmung 414.

Rhodium, Nachweis 211; Bestimmung mit 2-Mercapto-4,5-dimethylthiazol 210; neben Zn und Pb 210.

Ringpapierchromatographie, siehe Papierchromatographie 379.

Röntgenstrahlen, quantitative Analyse von Kristallpulver 116, 117.

Rohrzucker, Spektrophotometrie 148; Farbbestimmung in Sirup und Melasse 451; siehe auch Zucker.

Rotwein, SO_2-Bestimmung durch elektrometrische Titration 150; siehe auch Wein.

Rubidium, Bestimmung 9.

Rutil, Bestimmung in Titanpigmenten durch Röntgenstrahlen 116.

Rutin, papierchromatographischer Nachweis in Tabakauszügen 423; Charakterisierung durch Nachweis von Rhamnose und Glucose 425; Nachweis und Bestimmung neben Quercetin 236.

Säulenchromatographie, Bestimmung von Aldehydmischungen 289; Anwendung in der Arzneimitteluntersuchung 227; auswechselbares Vorlagegerät 53; siehe auch Chromatographie sowie Papierchromatographie.

Säureamide, Stickstoffbestimmung 141.

Salattunken, Gummennachweis neben Stärke 152.

Salicylamid, Nachweisreaktionen 231; Nachweis und Bestimmung 230; Bestimmung 231.

Salicylsäure, Alkalibestimmung durch Titration in wasserfreier Lösung 228.

Saligenin, siehe o-Oxymethylphenol.

Salpetersäureester, Spektrophotometrische Bestimmung in Äthanollösung 188.

Salzsäure, Farbreaktion auf Adrenalin 103.

Sauerstoff, galvanische Bestimmung von Spuren in Gasen 124; gasanalytische Bestimmung 123; Bestimmung in Pb, Al, Zn, Ti 308, 309, 310; in Kohlen 74, 75; durch Pyrolyse im Vakuum 75; Direktbestimmung in organischen Verbindungen 60; Blindwert bei der Mikrobestimmung 61.

Schädlingsbekämpfungsmittel, Nachweis von Heptachlor 460; Analyse von Bis-(p-chlorphenyl)-methylcarbinol 463; von technischem Chlordan 460; von Dieldrin 460; durch Gesamtchlorbestimmung 458; das Mikrodiffusionsverfahren 458; Abtrennung von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure (Unkrautvertilgungsmittel) 461; von Piperonylbutoxyd zur chromatographischen Bestimmung 459; Bestimmung von Chlor in Insecticiden 457; von Aramite, Chlordan, Heptachlor, Lindan, Toxaphen, DDT, TDE und Methoxychlor 458; von DDT 77; von 2,4-Dichlorphenoxyessigsäure und Estern 461; von Heptachlorcyclohexan 77; von Hexachlorcyclohexan 459; von Isopropyl-N-phenylcarbamat (IPC) 77; von Kaliumcyanat in Herbiciden 462; von 2-Methyl-4-chlorphenoxyessigsäure 462; Bestimmung von Methoxychlor 76; von α-Naphthylthioharnstoff 78; von Parathion 464.

Schwefel, jodometrische Bestimmung 245, 246; Titration von Alkalipolysulfiden 245; Bestimmung neben Halogenen 286, 287; Bestimmung neben Stickstoff in organischen Substanzen 67; in stickstoffhaltigen organischen Substanzen neben Halogen und Quecksilber 71; in Eisen- und Kupferlegierungen, Kohle und Koks 313; in Leuchtölen 391; in Petroleumprodukten durch Verbrennung 391.

Schwefeldioxyd, Bestimmung in Rotwein und gefärbten Fruchtsäften 150.

Schwefelsäure, siehe Sulfat.

Schweflige Säure, Bestimmung von freier und gesamter in Wein 150; in Stärke durch Destillation 300; in Stärke und Sirup 300; siehe auch Schwefeldioxyd.

Schwefelwasserstoff, Nachweis als Gas 433; colorimetrische Bestimmung 201.

Scopolamin, Bestimmung mit Hilfe polarographischer Pikrinsäureanalyse 370.

Sedoheptulose, colorimetrische Bestimmung 144.

Selen, Abscheidung an Quecksilberkathode 348; Bestimmung in Selenitlösung 277; in Organoselenverbindungen 72; Trennung und Bestimmung neben Tellur 276.

Selen(IV)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 175.

Selendioxyd, Farbreaktion auf Adrenalin 105.

Selenide, Analyse organischer Selenide 72.

Selenige Säure, jodometrische Bestimmung 277; gravimetrische Bestimmung durch Selenabscheidung 277.

Seleninsäuren, Bestimmung von Selen 72.

Selenocyanide, Bestimmung des Selens 72.

Selenone, Bestimmung von Selen 72.

Selenophene, Bestimmung des Selengehaltes 72.

Selenoxyde, Bestimmung des Selengehaltes in organischen Verbindungen 72.

Selenreagenspapier, Herstellung 193.

Seltene Erden, chromatographische Trennung von Lanthan 191; Trennungsmethoden 195.

Serin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Serum, Bestimmung von Cu und Mg 271; spektralanalytische Goldbestimmung 363; siehe auch biologisches Material.

Silber, qualitativer Nachweis 127; Nachweis durch Thioharnstoffkomplexverbindung 432; colorimetrische Bestimmung durch katalytische Oxydation 127; Spektralanalyse 362; Titration mit Jodidlösung 205; mit Rhodanid-Bromid- oder Jodidlösung 127; elektrochromatographische Abtrennung 388; Bestimmung in Silberlot durch Elektrolyse 192; Trennung von Kupfer durch Elektrolyse 437.

Silberchlorid, Verwendung in der „*Carrier*"-Methode (Spektralanalyse) 50, 360.

Silbersalz, Titration in Eisessig 57.

Silbersulfat, Bildung bei Elementaranalyse schwefelhaltiger Verbindungen 68.

Silber/Silberchlorid-Elektrode, Herstellung 445.

Silicagel, Ionenaustauscher 54.

Silicat, Titration in Eisessig 57.

Silicium, spektralanalytische Spurenbestimmung 49, 51; Bestimmung in Magnesiumlegierungen 48; Spektrophotometrie neben Zr, Be, Al, Ca 440.

Siliciumdioxyd, Bestimmung als oxydischer Einschluß in Stahl 223.

Silicoaluminium, Al-Bestimmung 312.

β-Sitosterin, Bestimmungsmethode 400.

Spektralanalyse, Bestimmung von Spurenelementen 46, 49, 50, 51, 52; Spurenbestimmung von Co, Cr, Be, Fe, Mn, Mo, Nb, Ni, T, Ti, V, W in Wismut und Wismutbleilegierungen 51; von Ni, Fe, Sn, Cr, Cu, Al, Mo, Na, K, Si nach der „*Carrier*"-Methode 51; Bestimmung von Spurenelementen in Wasser 49; von Verunreinigungen in Lithium 52; in Aluminium 363; von Al, Zn, Si in Magnesiumlegierungen 48; von Aluminium in Stahl 363; von Silber in Pb-Ag-Legierungen 362; von Wismut und Wismutbleilegierungen 51; von Wolfram 50; von Gold im Serum 363; Untersuchung von Stahlwerkschlacken 364; Bestimmung von anorganischen Bestandteilen in organischen Stoffen 52; Mikrobestimmung von organisch gebundenem Fluor 52; Bestimmung metallischer Verunreinigungen in Petroleum 365; Anwendung der „Porous Electrode Technique" 51; der „*Carrier*"-Methode 360; AgCl als „*Carrier*" 50; Bedeutung der Gasatmosphäre 361; Bogengerät 361; Elektrodenhalter aus Stahl 361; Grundlagen für Gebrauch von Spektralapparaten 360; Herstellung usw. von Eichproben 47; Rechengeräte mittels Transformation der Schwärzungskurve 362; Spektrometer, Spektrograph 360.

Spektrograph 360.

Spektrometer 360.

Spektrophotometrie, Mikrobestimmung von Zirkon 198; Spurenbestimmung von Titan 197; Nickelbestimmung in Stahl 222; Analyse von Sulfonamidgemischen 231; im monochromatischem Licht 115.

Sprengstoffgemische, spektrometrische Untersuchung im ultravioletten und sichtbaren Bereich 188.

Spurenelemente, Tüpfelnachweis von Eisen(II) 140; Nachweis von Nickel 140; spektralanalytische Bestimmung 46, 49, 50, 51, 52; in Wasser 49; von Al, Co, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, V, Zn 46.

Stärke, Nachweis in Tunken 153.

Stärkemaltose, SO_2-Bestimmung 300.

Stahl, photometrische Bestimmung von Aluminium 219; spektralanalytische Bestimmung von Al und Al_2O_3 363; spektrophotometrische Bestimmung von Nickel 222; colorimetrische Bestimmung von Kobalt 222; von Titan neben Vanadin 220; Bestimmung von Niob 200; von Mangan und Chrom 221; von Stickstoff 218; oxydischer Einschlüsse 223; korrosionsfest, Verwendung für Absorptionsröhren in der Elementaranalyse 280.

Statistical Methods for Chemical Experimentation (Gore) 427 [L].

Stickstoff, jodometrische Mikrobestimmung über Kaliumjodomercurat 273; Mikrobestimmung 281; Modifikation der Dumas-Methode 280; der Mikro-Dumas-Methode 280; Verbesserung der Dumas-Methode 280; Mikro-Kjedahl-Bestimmung 282; Mikrobestimmung nach Unterzaucher 62; selektive Bestimmung bei verschiedener Bindung 66; halbautomatische Schnellbestimmung (Elementaranalyse) 63; Mikrobestimmung in schwerverbrennbaren Substanzen (Elementaranalyse) 61; Bestimmung in Ammoniak 273; neben Schwefel in organischen Substanzen 67; neben Schwefel und Halogen 284; im Blutserum 396; Apparat zur Mikroanalyse nach Kirsten 282.

Stickstoffdioxyd, Bestimmung neben Stickstoffmonooxyd 455; colorimetrische Bestimmung 456.

Stickstoffmonooxyd, Bestimmung neben Stickstoffdioxyd 455.

Stickstoffoxyde, Analyse von Gemischen 455.

Stoffgemische, anorganisch, Trennung durch Verteilung 167.

Strontium, flammenphotometrische Bestimmung in Meerwasser 366; spektralanalytische Spurenbestimmung 49, 50.

Strontiumsalz, Titration in Eisessig 57.

Strychnin, Absorptionsspektrum im Ultraviolett 298; Spurenbestimmung in Leichenteilen durch UV-Absorptionsspektrum 298.

Styrol, colorimetrische Bestimmung in Luft 305.

Sucaryl, Bestimmung des Süßstoffes in zuckerfreien Getränken 300.

Sulfa-2-Äthylthiodiazol, spektrophotometrische Bestimmung 232.

Sulfadiazin, spektrophotometrische Analyse 231.

Sulfamerazin, spektrophotometrische Analyse 231.

Sulfamethylpyridimin, siehe Sulfonamide.

Sulfanilsäure, Verwendung neben Jodsäure zum Adrenalinnachweis 102.

Sulfat, Bestimmung von Gammamengen 443; leicht lösliche, Bestimmung mittels Austauschersäule 444; Titration in Eisessig 57.

Sulfathiazol, spektrophotometrische Bestimmung 231.

Sulfhydrylverbindungen, polarographische Bestimmung in Früchten 299.

Sulfid, colorimetrische Bestimmung 201; Titration in Eisessig 57; siehe auch Alkalipolysulfide.

Sulfit, Titration in Eisessig 57.

Sulfogruppe, Ortsbestimmung in Alkylarylsulfonsäure 145.

Sulfonamide, Spektrophotometrie von Gemischen 231.

Sulfoniumsalze, Titration in Eisessig 56.

Sulfoxyde, Bestimmung gesättigter 146; ungesättigter 147; gesättigt, Bestimmung neben Peroxyden 147; ungesättigt, Bestimmung neben Hydroperoxyden 148; Bestimmung mittels Titan(III)-salzen 146.

Suppenwürze, Kreatininbestimmung 157.

Tabakauszug, papierchromatographischer Nachweis von Rutin 423.

Tannin, Bestimmung in Apfelwein und Birnenmost 448; Spektrophotometrierung in Wein und Whisky 449.

Tanninähnliche Substanzen, Bestimmung in Apfelwein und Birnenmost 448.

Tantal, spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 52.

Tedryl, Bestimmung 235.

TDE, Bestimmung von Chlor 458.

„Teepol", oberflächenaktiver Stoff (Shell) 436.

Teerfarbstoffe, papierchromatographische Trennung in Nahrungsmitteln usw. 380.

Teflon, siehe Polytetrafluoräthylen.

Teigwaren, Aciditätsbestimmung 451.

Tellur, Trennung und Bestimmung neben Selen 276; Trennung von Pt, Pd, Cu, Bi und Cd 211.

Tellur(IV), Titration mittels Thiosulfatlösung 277.

Terephthalsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Tetrachlorkohlenstoff, Lösungsmittel zur Titration in nichtwäßrigen Lösungen 59.

2,3,5,6-Tetrachlornitrobenzol, polarographische Bestimmung 370.

Tetranitromethan, Bestimmung in Luft 303.

Tetranitropentaerythrit, Bestimmung in Wasser 216.

Tetraphenylborat-Ion, Hilfsfällung zur acidimetrischen Kaliumbestimmung 161.

Tetraphenylborkalium, Fällung zur Kaliumbestimmung 126; Löslichkeit 12.

Tetraphenylbornatrium, Reinigung von „Kalignost“ 12; Fällungsmittel zur Bestimmung von K^+ und NH_4^+, Rb^+ und Cs^+ 9.

Tetrazoliumverbindungen, Hilfsmittel zur Papyrographie von Corticosteroiden 381.

Thallium, Nachweis durch Thioharnstoffkomplexverbindung 432; Abscheidung an Quecksilberkathode 347.

Thallium(I)-salz, Amperometrie in Gegenwart von Pb^{II}-, Cu^{II}-, Bi^{III}- und Fe^{III}-salz 439; gravimetrische Bestimmung neben Pb, Cu, Bi, Fe 439.

Thallium(III)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 172.

Thermowaage, 192.

Thiamin, Bestimmung in Reis und Reiserzeugnissen 452.

p-Thioacetylamino-acetylaminobenzol, Verwendung zur Gravimetrie von Ag, Cu und Hg^{II} 119.

Thiocyanat, Titration in Eisessig 57.

Thioglykolamide, Verwendung zur Bestimmung von Schwermetallen 119.

Thioglykolsäure, Nachweisreaktionen 259; siehe auch Mercaptoverbindungen.

Thioharnstoff, analytische Verwendung seiner schwerlöslichen Komplexverbindungen 432.

Thiole, Bestimmung in Kohlenwasserstoffgasen 390.

Thorium, Trennung von Lanthan mittels Ionenaustausches 430.

Thoron, Reagens zur spektrophotometrischen Bestimmung von Fluor 202.

Threonin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Thymol, Farbreaktion 295.

Tiron (Tiferron), colorimetrisches Reagens auf Molybdän 201.

Titan, spektralanalytische Spurenbestimmung 51, 52; spektrophotometrische Spurenbestimmung 197; Colorimetrierung neben Vanadin in Stahl mittels Chromotropsäure 220; Spektralanalyse in Aluminium 363; Bestimmung neben Eisen 196; und Vanadin 198; kleiner Mengen Mo und W 311; des Sauerstoffgehaltes 310; Trennung von Beryllium und Uran 441.

Titanhydroxyd, Verwendung zur Entfernung der Phosphorsäuren im Analysengang 122.

Titrationen in Eisessig 55, 56, 57, 59, 60; in nichtwäßriger Lösung 55; acidimetrische Titration von anorganischen Salzen in Eisessig mit Perchlorsäure 56; Bestimmung der Alkalisalze in Carbonsäuren 227; Mikrotitration von Aminen mit Perchlorsäure 59; Bestimmung von Aneurinsalzen 55; von aliphatischen Aminen und Basen 58; von Salzen organischer Basen 55; von Cholinsalzen der Carbonsäuren 57; Zusammenfassung 60.

„Titrierfehler“, Beurteilung durch Potentiometrie 111.

Titriertisch, eingebaute Beleuchtungs- und Rührvorrichtung 435.

o-Tolidin, Verwendung als Oxyadsorptionsindicator 127.

Toluol, Kontrollapparat zur Gehaltsbestimmung in Raffinerieprodukten 392.

Tomatenerzeugnisse, Tragantbestimmung in Ketschup 301.

Toxaphen, Bestimmung von Chlor 458.

Tragant, Bestimmung in Ketschup und anderen Tomatenerzeugnissen 301.

Triäthanolamin, Komplexbildner bei der Harnzuckerbestimmung 318.

Tribromanilin, Bestimmung von Acetanilid 229.

1,1,1-Trichlor-2,2- bis (p-methoxyphenyl)-äthan, siehe Methoxychlor.

Trigonellin, papyrographische Abtrennung 385.

Trikresylphosphat, Bestimmung der Orthoverbindungen 225.

Trimellithsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Trimesinsäure, Absorptionskurve des UV-Spektrums 296.

Trimetaphosphat, Bestimmung neben anderen Phosphaten 401; siehe auch Phosphorsäure.

Trinkbranntwein, Bestimmung höherer Alkohole 449.

Trioxalatoferrat(III), Verwendung zum mikroskopischen Kobaltnachweis 118.

Tripaflavinchlorhydrat, Reagens zur Bestimmung von Palladium 211.

Triphenylaminderivate, Spektrophotometrie in Äthanollösung 189.

Tripolyphosphat, polarometrische Bestimmung neben Trimetaphosphat 402.

Trithiokohlensäure, Verwendung zur Zinkbestimmung als Sulfid 132.

Trockenei, Qualitätsbestimmung durch Refraktometrie 301.

Trockengemüse, Wassergehalt 453.

Trockenmilch, siehe Milch.

Trockenmittel, Studien über Wirksamkeit im Exsiccator 125.

Tropäolin 00, Verwendung als Indicator 127.

Tryptophan, papierchromatographisch. Nachweis 377; polarographische Bestimmung 371; Bestimmung in Futtermitteln 454.

Tüpfelreaktion, Nachweis von Eisen(II) 140; Quecksilber(II)-Nachweis durch Kupfer(I)-jodid 194.

Tyrosin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Ultrarotabsorptionsschreiber „Uras" 456.

Ultraviolettbestrahlung, Einwirkung auf Citronensäuregehalt der Milch 179.

Unfälle beim chemischen Arbeiten (Rüst und Ebert) 45 [L].

Unkrautvertilgungsmittel, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel 461.

Uran, spektralanalytische Spurenbestimmung 52; Spektralanalyse mittels „*Carrier*"-Methode 360; Trennung von Titan und Beryllium 441.

Urin, Amperometrie von Chlorid 395; siehe auch Harn.

VAL, Praktisches Rechnen mit chemischen Äquivalenten (Beyersdorfer) 427 [L].

Valin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Valinmethionin, papierchromatographischer Nachweis 377.

Vanadat, stannometrische Bestimmung 435; Phosphorsäurebestimmung kombiniert zusammen mit Molybdat 266.

Vanadin, spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 51, 52; colorimetrische Titanbestimmung 220; Spektralanalyse in Aluminium 363.

Vanillin, Nachweis von Cumarin 236.

Vegetabilische Extrakte, siehe Arzneimittel.

Veratrol, Verwendung zur Bestimmung von Milchsäure 154.

Verbindung 497, siehe Dieldrin.

Verseifungsäquivalent, Mikrobestimmung 392.

Verteilungsanalyse von Bromwasserstoffsäure 169.

Viehfutter, siehe Mischfutter.

Vitamine, Titration in Eisessig 56; Bestimmung von Cyan in Vitamin B_{12} 399; von Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 398; von Nicotinsäure und Lactoflavin 398.

Vitamin A, Bestimmung 238; aus Absorptionskurven 397; durch Fluorescenzmessung 238; in Blut 237; in Ölsaaten und Preßkuchen 238.

Vitamin B_1, fluorimetrischer Nachweis von Zink 131; siehe auch Aneurin.

Vitamin B_6, colorimetrische Bestimmung 399.

Vitamin B_{12}, papyrographische Bestimmung 384; mikrobiologische Bestimmung 399; Bestimmung von Cyan 399.

Vitamin C, Bestimmung in Walnußextrakt 400; siehe auch Ascorbinsäure

Vitamin D, colorimetrische Bestimmung 400; Bestimmung auf chemischem Wege 1; in bestrahlter Vollmilch 1; in homogenisierter Milch 2; in Kindernährmitteln 7; in trockener Buttermilch 5; in Konzentraten aus Vitamin A und D 6.

Vitamin K, wasserlöslich, polarographische Bestimmung 372.

Vollmilch, Citronensäuregehalt nach UV-Bestrahlung 184; siehe auch Milch.

Vorrichtung mit Schwimmerventil, Hilfsmittel bei Analyse mit Ionenaustauschern 189.

Walnußextrakt, Bestimmung von Vitamin C 400.

Waschmittel, Bestimmung von Natriumcarboxymethylcellulose 393.

Wasser, Bestimmung mittels Karl-Fischer-Reagens 216; spektralanalytische Bestimmung von Spurenelementen 49; Bestimmung von Magnesium 129; von Lithium in Quellwasser durch Ionenaustausch 190; Nachweis und Bestimmung von freiem und gebundenem Chlor 213; photometrische Chlorbestimmung mittels Barbitursäure 404; colorimetrische Nitratbestimmung 214; Bestimmung von Phenolen 215; von Tetranitropentaerythrit 216; Schnellbestimmung in Trockengemüse 453; Sauerstoffverbrauchswert 214; siehe auch Industriewässer.

Wasserenthärtung, Wirksamkeit kondensierter Phosphate 91.

Wasserstoff, Mikroelementaranalyse 60; Bestimmung neben Kohlenstoff durch Elementaranalyse 278.

Wein, Nachweis von Holunderbeerfarbstoff 151; spektrophotometrische Phosphorsäurebestimmung 447; Bestimmung von Äpfelsäure 447; der Alkoholgrade 150; des Tanningehalts 449.

Weinsäure, Alkalibestimmung durch Titration in wasserfreier Lösung 228.

Weizenblätter, Bestimmung von Kohlenhydraten 160.

Whisky, Bestimmung höherer Alkohole 449; Tanninbestimmung 449.

Wirkstoffe, siehe Schädlingsbekämpfungsmittel, 463.

Wismut, Abscheidung an der Quecksilberkathode 347; Nachweis durch Thioharnstoffkomplexverbindung 432; mikrochemischer Nachweis 199; spektrochemische Untersuchung auf Spurenelemente 51; Titration in Eisessig 57; Trennung von Pt, Pd, Te, Cu und Cd 211.

Wismut-Bleilegierungen, spektrochemische Untersuchung auf Spurenelemente 51.

Wolfram, spektralanalytische Bestimmung 50, 51, 52; Bestimmung in Titan 311.

Wolframat, Titration in Eisessig 57.

Wurstwaren, Eiweißbestimmung 158.

Xylenol, colorimetrische Bestimmung in Wasser 215.

Xylol, Bestimmung neben Phenol und Kresol 295.

Zeocarb 225, Kationenaustauscher 431.

Zimtaldehyd, Farbreaktion mit Orcin 144.

Zink, Abscheidung an Quecksilberkathode 347; colorimetrischer Nachweis 131; Nachweis und volumetrische Bestimmung 131; spektralanalytische Bestimmung von Spuren 46, 49, 50, 52; volumetrische Bestimmung 132; Titration mittels Komplexon 332; Bestimmung als Sulfid mittels Trithiokohlensäure 132; des Aluminiumgehaltes 220; spektralanalytische Bestimmung in Aluminium 363; in Magnesiumlegierungen 48; Bestimmung in Silberlot durch Elektrolyse 192; Komplexontitration neben anderen Metallen 334; Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 309; polarographische Bestimmung in Nahrungsmitteln 446.

Zinkbromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 170.

Zinkdiäthyl, Anwendung zur Deuteriumgehaltsbestimmung in Wasser 269.

Zinksalz, Titration in Eisessig 57.

Zinksulfid, Fällung mittels Trithiokohlensäure 132.

Zinn, Abscheidung an Quecksilberkathode 347; Nachweis mittels Gossy-

pol 119; spektralanalytische Spurenbestimmung 50, 51; R_f-Werte in Ätherlösung 387.

Zinn(II)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 173.

Zinn(IV)-bromid, Verteilung zwischen HBr-Lösung und Diäthyläther 173.

Zirkon, spektralanalytische Spurenbestimmung 52; spektralanalytische Bestimmung in Krackkatalysatoren 48; spektrophotometrische Mikrobestimmung 198; Mikrobestimmung mittels Benzilsäure 199; Bestimmung neben Silicium 440.

Zirkonoxychlorid, titrimetrisches Reagens auf Fluor 201.

Zirkonoxychloridlösung, methanolisch, Bestimmung von Rutin und Quercitin nebeneinander 236.

Zucker, Bestimmung kleiner Mengen durch Röntgenstreuung 294; Bestimmung in Harn 318; Genauigkeit der Bestimmung in Pflanzenextrakten 454; Herstellung von Reagenzien zur Bestimmung 294; jodometrisches Reagens zu seiner Bestimmung 294; raffiniert, Spektrophotometrie 148.

Zuckersirup, Kupferbestimmung 299.